



SUOMI – FINLAND (FI)

**PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS
PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN**



F I 000107343B

(12) PATENTTIJULKAISU PATENTSKRIFT

(10) FI 107343 B

(45) Patentti myönnetty - Patent beviljats

13.07.2001

(51) Kv.lk.7 - Int.kl.7

D01D 10/02, D01F 6/06

(21) Patentihakemus - Patentansökning

990109

(22) Hakemispäivä - Ansökningsdag

20.01.1999

(24) Alkupäivä - Löpdag

20.01.1999

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig

21.07.2000

(73) Haltija - Innehavare

1 •J.W. Suominen Oy, 29250 Nakkila, SUOMI - FINLAND, (FI)

(72) Keksijä - Uppfinnare

1 •Hautojärvi, Joni, Eskolantie 11, 29250 Nakkila, SUOMI - FINLAND, (FI)

2 •Hulden, Margareta, Pyssykankaantie 166, 29270 Hormisto, SUOMI - FINLAND, (FI)

(74) Asiamies - Ombud: Oy Jalo Ant-Wuorinen Ab
Iso Roobertinkatu 4 - 6 A, 00120 Helsinki

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning

**Menetelmä hydrofobisten polymeerikuitujen valmistamiseksi ja laite sitä varten
Förfarande för framställning av hydrofoba polymerfilament och anordning därför**

(56) Viitejulkaisut - Anförda publikationer

DE A 3712491 (B 01D 13/00), US A 4310478 (B 29C 17/04), US A 4921668 (D 01F 6/60), WO A 97/11834 (B 29C 59/10)

(57) Tiivistelmä - Sammandrag

Keksinnön kohteena on menetelmä hydrofobisten polymeerikuitufilamenttien valmistamiseksi, joka menetelmä käsittää seuraavat vaiheet

- muodostetaan sula hydrofobisesta polymeerista,
- polymeeri sulakehrätään filamenttien muodostamiseksi,
- avivointiaine levitetään filamenteille ja

- filamentit mahdollisesti kiharretaan ja leikataan katkokuiduiksi. Keksinnön mukaan menetelmä sisältää vaiheen, jossa filamenteille suoritetaan ainakin yksi pintakäsittelyvaihe, edullisesti käyttäen koronapurkaus- tai plasmakäsittelyä, filamentin vapaan pintaenergian nostamiseksi. Keksinnön kohteena on myös laite tai tuotantolinja menetelmän suorittamiseksi.

Föremålet för uppfinningen är ett förfarande för framställning av hydrofoba polymerfiberfilament, vilket förfarande omfattar följande skeden

- en smälta av hydrofob polymer bildas,
- polymeren smältpinnes för att bilda filament,
- ett aviveringsmedel appliceras på filamenten och
- eventuellt lockas filamenten och kapas till stapelfibrer. Enligt uppfinningen

innehåller förfarandet ett skede, i vilket för filamenten utföres åtminstone ett ytbehandlingsskede, företrädesvis under användning av korona- eller plasmabehandling, för att höja filamentets fria ytenergi. Föremålet för uppfinningen är också en anordning eller en produktionslinje för utförande av förfarandet.

Menetelmä hydrofobisten polymeerikuitujen valmistamiseksi ja laite sitä varten

Vesineulaus tai "spunlacing" on nonwoven-valmistusmenetelmä, jossa kuituraina sidotaan hienoilla vesisuihkuilla korkeapaineessa. Kaikkein yleisimmin käytetyssä menetelmässä karstattu raina sijoitetaan liikkuvalla kuljetushihnalle, joka siirtää rainan useiden vesisuihkurivien alla. Veden paine suihkuissa kasvaa asteittain suihkujen ensimmäiseltä riviltä viimeiseen riviin. Vesisuihkujen rainalle luovuttama mekaaninen energia neulaa kuidut rainassa. Neulaus pitää kuidut nonwovenissa ilman, että tarvitaan lisäsidontaa, kuten termistä sidontaa tai kemiallista sidontaa. Lisää yleistä tietoa vesineulauksesta voi löytää esimerkiksi US-patenteista nro 3,485,706 ja nro 3,485,708 (Evans).

Eri tyyppisiä kuitukoostumuksia voidaan käyttää vesineulattujen nonwovenien valmistamiseksi. Tyypillisiä käytettyjä kuituja ovat selluloosa-perustaiset kuidut, kuten puuvilla, selluloosa tai viskoosi, ja kemialliset kuidut, kuten polyesteri (polyeteenitereftalaatti) tai polypropeeni. Tavallisesti käytetty kuituseossuhde on 30-70 % viskoosikuituja ja 70-30 % polyesterikuituja rainan painosta laskettuna.

Kuitenkin polypropeenikuitujen käyttöä vesineulauksessa rajoittaa niiden hydrofobisuuden luonne. Vesipisara muodostaa polypropeenipinnalla kontaktikulman, joka on noin 105° , kun taas polyesteripinnalla se muodostaa kontaktikulman, joka on noin 80° . Määritelmän mukaan pinta on hydrofobinen, jos veden kontaktikulma on suurempi kuin 90° ja hydrofiilinen, jos mainittu kontaktikulma on pienempi kuin 90° . Johtuen tästä kuidun kostumisominaisuuksissa esiintyvistä eroista, polypropeenikuituja sisältävän rainan vesineulaus on kahdesta syystä vaikeampaa kuin polyesterikuituja sisältävän rainan vesineulaus. Ensiksikin kun hydrofobisten polypropeenikuitujen määrää lisätään rainassa, rainan vettä hylkivä ominaisuus kasvaa. Johtuen veden hylkimisen kasvusta vesisuihkut eivät tunkeudu rainaan täysin. Tämän vaikutuksen seurauksena rainan absorboima vesineulausenergia vähenee.

Toiseksi, kuitupinnan ominaisuuksien kontrolloimiseksi tarvittava avivointiainemäärä on erilainen polypropeeni- ja polyesterikuiduille. Tavallisesti katkokuitukehruumenetelmässä polypropeenikuitupintaan on lisättävä avivointiaineita 0,5 % kuitujen

painosta laskettuna. Polyesterikuitupinnalle avivointiaineiden 0,10-0,15 %:n lisäystaso, kuitujen painosta laskettuna, on riittävä. Tavallisesti avivointiaine on pinta-aktiivisten aineiden seos, sisältäen voiteluaineita, antistaattisia aineita, kostuttavia aineita ja emulgoivia aineita. Voiteluaineiden tarkoituksena on kontrolloida kuitukuitu-koheesiota sekä kuitu-kuitu- ja kuitu-metalli-kitkaa. Antistaattiset aineet alentavat staattisen varauksen kerääntymistä kuitukäsittelyn aikana. Kostuttavat aineet parantavat kuitujen kostuvuusominaisuuksia pienentämällä veden kontaktikulmaa kuitupinnalla. Emulgoivia aineita käytetään luomaan öljy-vedessä-avivointiaine-emulsiota, jotka voidaan laimentaa vedellä.

10

Pinta-aktiiviset aineet, mukaan lukien avivointiaineet, muodostavat ongelmia vesineulausmenetelmässä. Vesineulauksessa avivointiaineet liukenevat kuiduista vesineulausveteen. Liuenneet avivointiaineet alentavat neulausveden pintajännitystä ja stabiloivat ilmakuplia veteen. Ilman stabilaatio aiheuttaa veden vaahtoamista, mikä on ei-toivottavaa vesineulauksessa. Koska neulausvesi täytyy puhdistaa suodattamalla ja kierrättämällä, kuiduista liuenneiden epäpuhtauksien määrä vedessä on pidettävä niin alhaisena kuin mahdollista. Neulausveden kulutus polypropeenikatkokuituja sisältävän rainan vesineulauksessa on tästä johtuen korkea. Tämä johtuu siitä, että polypropeenikuidut vaativat tyypillisesti noin neljä kertaa korkeammat avivointiaineiden lisäyspitoisuudet kuin polyesteri- tai viskoosikuidut.

20

Tänä päivänä on olemassa erilaisia tekniikoita polymeeripintojen modifioimiseksi. Tekniikat, kuten plasma-, korona- tai liekkikäsittely, nostavat matalaenergisten polymeeripintojen, kuten polyeteenin tai polypropeenin, vapaata pintaenergiaa. Vapaan pintaenergian lisäys voidaan havaita parantuneina kostumisominaisuuksina ja veden kontaktikulman pienenemisenä. Plasma-, korona- ja liekkikäsittely ovat hyvin tunnettuja polymeeritekniikan alalla. Näitä tekniikoita on sovellettu kuitumateriaalien, kuten nonwovenien, modifioimiseen materiaalien kostuvuus- tai adheesio-ominaisuuksien parantamiseksi. Julkaisu JP 01192871 A kuvaa menetelmää, jossa hydrofobisia kuituja sisältävälle nonwovenille suoritetaan koronakäsittely, hydrofiilisten ominaisuuksien saamiseksi kankaalle. Patenttihakemusjulkaisu WO 97/11834 käsittelee koronakäsittelymenetelmää, jota voidaan käyttää muun muassa sulapui-

25

30

halletuille nonwoveneille kostuvuusominaisuuksien aikaansaamiseksi hydrofobisille nonwoveneille. Tsai ja Wadsworth, Textile Res.J., vol.67 (1997), nro 5., s.359, raportoi plasmakäsittelystä, jolla nostetaan polypropeeni-sulapuhallettujen nonwovenien vapaata pintaenergiaa.

5

Tämä keksintö koskee menetelmää polymeeri-, erityisesti polyolefiinikuitufilamenttien valmistamiseksi, joilla vapaa pintaenergia on kohonnut, menetelmän käsittäessä sulan muodostamisen hydrofobisesta polymeeristä, sulan kehräämisen filamenttien muodostamiseksi, avivointiaineen levittämisen filamentteille ja mahdollisesti filamenttien kihartamisen ja leikkaamisen katkokuiduiksi. Keksinnön mukaan pintakäsittelyvaihe, edullisesti koronapurkaus-, plasma- tai liekkikäsittelyvaihe, sisällytetään menetelmään kuitujen vapaan pintaenergian nostamiseksi. Keksintö koskee myös laitetta tai tuotantolinjaa keksinnön suorittamiseksi. Keksinnön kohteet, piirteet ja edut käyvät täysin ilmi liitteenä olevista vaatimuksista.

15

Edullisen suoritusmuodon mukaan korona- tai plasmakäsittelyllä nostetaan vapaa pintaenergia. Tämä johtaa kahteen huomattavaan parannukseen nykyisen tekniikan tasoon verrattaessa. Ensinnäkin, filamenttien ja niistä valmistettujen kuitujen kostuvuusominaisuudet parantuvat ja mainituista kuiduista valmistetun rainan neulausenergian absorptio tehostuu vesineulauksessa. Toiseksi, kuiduille hyvät voiteluominaisuudet ja anstaattiset ominaisuudet antavien avivointiaineiden lisäystasoa voidaan alentaa 30-50 %:lla kehruun aikana. Avivointiaineen lisäystason alentamisesta johtuen mainittuja kuituja sisältävästä rainasta liukenee vähemmän epäpuhtauksia kiertävään neulausveteen.

25

Kuva 1 on kaavamainen esitys kompaktikehruuprosessista polypropeenifilamenttien ja -katkokuitujen valmistamiseksi keksinnön mukaiseksi.

30

Kuva 2 esittää kaavamaisesti keksinnön mukaisesti käytettävän koronakäsittely-yksikön suoritusmuotoa.

Kuva 3 esittää kaavamaisesti vesineulaustuotantolinjaa.

Edullisen suoritusmuodon mukaan keksintö koskee menetelmää polypropeenifilamenttien ja niistä saatavien katkokuitujen valmistamiseksi vesineulattavien nonwovenien valmistusta varten. Menetelmä käsittää polypropeenifilamenttitouvin koronapurkaus-, plasma- tai liekkikäsitteilyn sulakehruuprosessin kuluessa. Vaikka polypropeeni on edullinen hydrofobinen kuitu vesineulattujen nonwovenien valmistuksessa, on huomattava, että menetelmä soveltuu myös kuitujen tuottamiseksi vesineulaukseen muista polymeereista, joilla on alhainen vapaa pintaenergia (veden kontaktikulma suurempi kuin 90°), kuten polyeteenistä. Koska koronakäsittely suoritetaan ympäröivässä ilmassa ja se on jatkuva prosessi, on koronakäsittely edullisempi menetelmä filamenttien vapaan pintaenergian nostamiseksi sulakehruuprosessin kuluessa kuin plasma- tai liekkikäsitteilytekniikat.

Tyypillisessä, alalla hyvin tunnetussa koronapurkauslaitteessa on kaksi elektrodia. Työelektrodiin kytketään AC-suurjännite, jonka taajuus on tavallisesti 9-30 kHz ja jännite 10-15 kV. Suurjännite aikaansaa ilman ionisaation kahden elektrodin välissä raossa. Tämä johtaa koronana tunnettuun sähköpurkaukseen työelektrodin ja toisen, sähköisesti maadoitetun elektrodin välillä. Maadoitettu elektrodi on tavallisesti ruostumattomasta teräksestä valmistettu tela. Sopivia materiaaleja työelektrodiin ovat esimerkiksi paljaat metallit tai keraamiset aineet. Eristin elektrodien välissä on käsitelty materiaali ja ilmarako. Käsiteltäessä huokoisia materiaaleja, kuten filamenttitouveja, materiaalin täytyy olla sähköisesti eristetty elektrodeista. Tämä tehdään peittämällä telaelektrodi dielektrisellä materiaalilla tai mieluummin käyttämällä eristysaineella, kuten keraamisella aineella päällystettyjä työelektrodeja. Kuitenkin käytettäessä sähköisesti eristettyjä työelektrodeja, koronakäsittelyn teho alenee noin 50 %:lla verrattuna tapauksiin, joissa käytetään paljaita metallielektrodeja.

Tavanomaisten koronakäsittely-yksiköiden, joissa on tela-elektrodirakenne, soveltuvuus rajoittuu ohuihin materiaaleihin, koska elektrodien välistä ilmarakoa voidaan tavallisesti säätää 1 mm:stä 2,5 mm:iin. Käsiteltäessä paksuja materiaaleja tai materiaaleja, joilla on 3-D-rakenne, plasma- tai koronasuihkut ovat edullisempia. Koronasuihkut puhaltavat sähköpurkauksella synnytetyn ionisoidun ilman käsiteltä-

vän materiaalin pinnalle.

Sähköpurkauksen aikana elektrodien välisessä ilmaraossa muodostuu ioneja, radikaaleja, viritettyjä molekyylejä, fotoneja ja otsonia. Nämä komponentit sisältävät tarpeeksi energiaa katkaisemaan polymeeriketjut käsiteltävän polyolefinimateriaalin pinnalla, jolloin muodostuu polymeeriradikaaleja. Koronassa happi, mukaan lukien happiradikaalit, ja otsoni reagoivat polymeeriradikaalien kanssa materiaalin pinnalla, muodostaen peroksiedeja. Peroksidit reagoivat edelleen polymeeripinnalla happea-sisältäviksi funktionaalisiksi ryhmiksi, kuten $-C-OH$, $-C=O$, $-COOH$, $-COOC-$ ja $-C-O-C-$. Nämä polaariset, happea sisältävät kemialliset ryhmät nostavat polymeerimateriaalin vapaata pintaenergiaa ja parantavat pinnan kostuvuusominaisuuksia.

Kuvassa 1 on esitetty kasvaneen vapaan pintaenergian omaavien polyolefinikuitujen valmistamiseksi tarkoitun linjan edullinen suoritusmuoto. Kuvassa 1 esitetyssä kompaktikehruulinjassa polymeerigranulaatit syötetään ekstruuderiin (11), jonka jälkeen sula polymeeri pumpataan läpi kehruusuuttimesta (12), jossa on useita reikiä, joiden halkaisija on tavallisesti 0,25 mm. Filamenttitouvin (13) muodostavat polymeerifilamentit vedetään kehruusuuttimesta (12) ensimmäisellä galetistolla (17). Kehruusuuttimen (12) jälkeen polymeerifilamentit sammutetaan ja avivointiaine lisätään filamenttitouville (13) sipaisutela-aplikaattorilla (14). Pintakäsittely-yksikkö (15) nostaa polymeerifilamenttien vapaata pintaenergiaa touvissa (13) koronapurkaus- tai plasmasuihkukäsittelyllä. Pintakäsittely-yksikkö (15) on edullisesti sellainen, joka pystyy käsittelemään touvin (13) molemmat puolet. Pintakäsittelyn (15) jälkeen touvin (13) pintaosassa polymeerifilamenteilla on keskimääräinen veden kontaktikulma-arvo alle 95° ja mieluummin kontaktikulma-arvo on alle 90° . Koska pintakäsittely (15) synnyttää polymeerifilamenteissa jonkin verran sähkövarausta, filamentti-filamentti-koheesio touvissa (13) alenee. Tästä syystä, sähköisen varauksen eliminoimiseksi touvista (13) on edullista käyttää pintakäsittelyn (15) jälkeen toista avivointiaine-sipaisutela-aplikaattoria (16). Koska lisätty avivointiaine filamenttitouvissa (13) pyrkii vähentämään pintakäsittelyn (15) tehoa, avivointiaineen taso ensimmäisessä sipaisutela-aplikaattorissa (14) on edullisesti vähemmän kuin

- 0,10 paino-% touvista. Pintakäsittely (15) suoritetaan edullisesti kehrusuuttimen (12) jälkeen, sen läheisyydessä, jolloin sipaisutela-aplikaattori (14) voidaan jättää pois. Edullisen suoritusmuodon, jota ei ole esitetty kuvassa, mukaan pintakäsittelyvaihe voidaan suorittaa ennen sipaisutela-aplikaattoria (14), suoritusmuodon käsittäessä lisäksi toisen pintakäsittelyn (20) ja sitä seuraavan avivointiaineen lisäysvaiheen (21) vetouunin (18) jälkeen. Tämä pintakäsittelyn suorituspaikka lähellä kehrusuutinta on edullinen, koska filamenttitouvi (13) on tässä kohtaa laaja ja ohut. Myös tässä paikassa filamenttitouvi (13) on viimeistelemätön ja välttää avivointiaineesta johtuvalta pintakäsittelytehon menetykseltä.
- Filamenttitouvi (13) vedetään vetouunissa (18) toisella galetistolla (19). Kun touvi (13) on pintakäsittely ennen vetouunia (18), vetosuhteen λ tulisi edullisesti olla vähemmän kuin 1,50 ja kaikkein mieluummin vähemmän kuin 1,20, koska veto laajentaa ja suurentaa kuitutouvin (13) käsittelemätöntä pinta-alaa. Jos vetosuhte λ on suurempi kuin 1,50, toinen pintakäsittely-yksikkö (20) voidaan asentaa galetiston (19) jälkeen laajentuneen pinta-alan uudelleenkäsittelemiseksi.
- Kun filamenttitouvi (13) on pintakäsittely ja vedetty, se viimeistelykäsittellään uudelleen avivointiaineilla sipaisutela-aplikaattorissa (21) ja kiharretaan kihartimessa (22). Kiharrettu filamenttitouvi kuivataan kuivausuunissa (23) ja lopuksi leikataan katkokuiduiksi leikkurissa (24). On huomattava, että myös muita kuitukehruuteknikoita, kuten pitkäkehruta, voidaan käyttää keksinnön mukaisten polyolefiinikuidujen valmistukseen.
- Kuvassa 2 esitetään kaavamaisesti tyypillinen koronakäsittely-yksikkö filamenttitouvin (13) käsittelemiseksi. Osat ovat seuraavat: (25) koronapurkausgeneraattori ja suurjännitemuuntaja, (26) purkauselektrodit, (27) ilmarako ja (28) maadoitetut metallitilat.
- Kuvassa 3 esitetään kaavamaisesti tyypillinen tuotantolinja vesineulattujen nonwovenien valmistukseen, jossa osat ovat seuraavat: (31) kuitusyötin, (32) karstaus, (33) ensimmäinen vesineulausasema, (34) toinen vesineulausasema (35), kuivaaja ja (36)

nonwovenin rullauskone.

Tämän keksinnön mukaisesti valmistetuilla polyolefiinikatkokuiduilla on tunnusomaisena piirteenä vapaan pintaenergian lisäys verrattaessa ilman kuvattua pintakäsittelyä valmistettuihin kuituihin. Käsittelemättömillä polyolefiinikuiduilla, erityisesti polypropeeni- ja polyeteenikuiduilla, on veden kontaktikulma-arvo noin 95° - 105° tai kriittinen pintajännitys vähemmän kuin 33 mN/m. Pintakäsitellyillä kuiduilla on keskimääräinen kontaktikulma vähemmän kuin 95° , tai kriittinen pintajännitys korkeampi kuin 33 mN/m ja vielä mieluummin kontaktikulma on vähemmän kuin 90° , tai kriittinen pintajännitys korkeampi kuin 35 mN/m. Yksittäisten kuitujen veden kontaktikulma-arvot voivat vaihdella 60° :sta noin 105° :seen, tai kriittiset pintajännitys-arvot 49 mN/m:stä noin 31 mN/m:iin. Tämä vaihtelu johtuu touvin yksittäisten filamenttien altistuksen vaihtelusta pintakäsittelylle. On selvää, että filamentit touvin molemmilla sivuilla absorboivat suurimman osan käsittelyenergiasta kun taas filamentit touvin keskellä saavat vähemmän käsittelyä.

Nyt on havaittu, että koronakäsitellyille polyolefiini-, mieluummin polypropeenifilamenteille ja -kuiduille voidaan saada riittävät antistaattiset ja hydrofiiliset ominaisuudet käyttämällä 30-50 % vähemmän avivointiaineita kuin alalla tällä hetkellä tehdään. Uskotaan, että kun polyolefiinikuitujen vapaa pintaenergia nousee, avivointiaineet leviävät tasaisemmin kuitupinnalle. Vastakehrättyjen polypropeenifilamenttien, joita käytetään polypropeenikatkokuitujen valmistamiseksi vesineulaukseen, kriittisen pintajännityksen on määritetty vaihtelevan 30,3 mN/m:stä 31,0 mN/m:iin. Toisaalta puhtaiden avivointiöljyjen pintajännitys on tavallisesti samalla alueella, kun taas avivointiaineiden vesidispersioiden, joita käytetään polypropeenikatkokuitujen valmistuksessa, pintajännitys vaihtelee 30 mN/m:sta 40 mN/m:iin. Jokainen alan ammattimies tietää hyvin, että neste, jonka pintajännitys on alhaisempi kuin kiinteän pinnan kriittinen pintajännitys, kostuttaa kiinteän pinnan täysin. Näin ollen, jos avivointiaineen pintajännitys on lähellä hydrofobisen kuidun kriittistä pintajännitystä mutta ei alle mainitun kriittisen arvon, avivointiaineen leviämistä voidaan parantaa nostamalla kuidun vapaata pintaenergiaa.

- Surfaktanttiliuosten kostuttavia ominaisuuksia ei kuitenkaan voida arvoida vertaamalla kostuttavan nesteen pintajännitysarvoja kuidun kriittiseen pintajännitykseen, johtuen surfaktanttien adsorptiovaikutuksista ja veden korkeasta polaarisuudesta. Tästä syystä vedellä laimennettujen avivointiaineiden kontaktikulma-arvoja polypropeenikuituja vastaan on mitattu. Tutkitut avivointiaineet muodostivat emulsion, jonka pintajännitys vaihtelee välillä 32 mN/m - 38 mN/m. Advancing-kontaktikulman on havaittu vaihtelevan välillä 49° - 57° ja receding-kontaktikulman välillä 20° - 27° riippuen avivointiaineen konsentraatiosta vedessä. Tämä osoittaa, että kuidut 5 kostuvat epätäydellisesti avivointiaine-emulsioilla. Näin ollen nostamalla kuitujen vapaata pintaenergiaa koronakäsittelyllä parannetaan avivointiaineiden kostuttavaa ominaisuutta ja tunkeutumista kuitutouviin kuitukehruuprosessin kuluessa. Erityisesti 10 touvin pinnan kostuminen parantuu, koska kuidut pinnalla absorboivat suurimman osan käsittelyenergiasta.
- 15 Uskotaan, että kuitujen antistaattisia ominaisuuksia parantavat paitsi avivointiaineen parempi leviäminen myös kuitujen vapaan pintaenergian kasvu käsittelyn aikana. Kun kuitujen hydrofiilisyyden kasvu, paljaalle kuitupinnalle adsorboituu kosteasta ilmasta enemmän vettä. Vesi muodostaa pinnalle johtavan kerroksen, joka johtaa pois staattisen varauksen. Uskotaan, että sekä avivointiaineen parempi leviäminen 20 että kuitupinnan lisääntynyt hydrofiilisyyden parantavat kuitujen antistaattisia ominaisuuksia.
- ..
- Avivointiaineen lisäspitoisuuden alentuminen on erityisen edullista vesineulattujen nonwovenien valmistuksessa, jossa käytetään polyolefiinikatkokuituja, edullisesti 25 polypropeenikatkokuituja. Avivointiaineen lisäys, joka oli 0,05-0,3, tavallisesti 0,05-0,2, kuten 0,10-0,15 % kuitujen painosta, todettiin antavan tyydyttävät pintaominaisuudet, kuten antistaattisuuden, keksinnön mukaisesti käsitellyille polypropeenikuiduille. Tämä merkitsee, että voidaan aikaansaada polyolefiinikuituja sisältävien 30 rainojen vesineulauksen aikana kuiduista neulaus- veteen liukenevien epäpuhtauksien merkittävä väheneminen. Tämän seurauksena neulausvesi vaahtoa vähemmän ja veden kierrätysastetta voidaan lisätä.
- ..

Koronakäsittelystä seuraa, että kostuttavien aineiden adheesio käsiteltyjen kuitujen pintaan myös parantuu. Tämä johtaa avivointiaineilla käsiteltyjen kuitujen hydrofiilisyyden parempaan kestävyYTEEN, kun kostuttavien aineiden desorptionopeus kuitujen pinnasta kuituja ympäröivään nesteeseen pienenee. Kuitujen hydrofiilisyyden parantuneesta kestävyYdestä, mikä johtuu koronakäsittelystä, on etua, kun keksinnön mukaisia kuituja käytetään valmistettaessa esim. termisesti sidottuja nonwoven-materiaaleja käyttöä varten esim. suojamateriaaleina absorboivissa hygieniatuotteissa.

10 Esimerkit

Seuraavat esimerkit kuvaavat, mutta eivät rajoita, uuden keksinnön peruspiirteitä. Seuraavassa on esitetty testimenetelmät, joita käytettiin kuitujen ja nonwoven-kaiden karakterisoimiseksi esimerkeissä:

15

Veden kontaktikulmat

Käsiteltyjen ja käsittelemättömien polypropeenikuitujen ja -filamenttien kostuvuus määritettiin Wilhelmy-levyä käyttävällä dynaamisella kontaktikulmamenetelmällä. Kuidun advancing- ja receding-kontaktikulmat vedessä mitattiin Cahn DCA-322 dynaamisella kontaktikulma-analysaattorilla käyttäen 20 $\mu\text{m/s}$:n immersionopeutta. Kuidun immersiosyvyys oli alueella 1-2 mm. Kuidun perimetri, joka menetelmässä vaaditaan parametrina, määritettiin mikroskooppisesti.

Avivointiaineen lisäystason määrittäminen

Kuitujen avivointiaineen lisäystaso määritettiin seuraavalla menetelmällä: 3 g kuituja uutettiin 150 ml:lla etyylietteriä. Uuton jälkeen, etyylietteri haihdutettiin ja jäännös liuotettiin 10 ml:aan hiilitetrakloridia. Avivointiaineen konsentraatio liuoksessa analysoitiin Perkin Elmer "Spectrum 1000" FT-IR-spektrometrillä määrittelemällä IR-absorptiopiikin korkeus kohdassa $1738,7\text{ cm}^{-1}$ (vastaa C=C -sidosta).

Kuitujen antistaattiset ominaisuudet

Katkokuitujen antistaattisten ominaisuuksien karakterisoimiseksi kuitujen sähkövastus mitattiin Eltex Tera-Ohm 6206 vastusmittarilla käyttäen rengaselektrodia DIN 54345 T1 standardin mukaisesti. Kuidut karstattiin rainaksi ja 1 g:n rainanäytteen vastus mitattiin 16 tunnin kuluttua vakio-olosuhteissa, jotka oli 60 %:n suhteellinen kosteus ja 25 °C:n lämpötila. Sähkövastus edustaa kuitujen kykyä johtaa pois staattista varausta. Näin ollen mitä korkeampi kuidun vastus on, sitä huonommat ovat antistaattiset ominaisuudet. Tavallisesti katkokuiduilla vaaditaan nonwoven-tuotannossa vastus, joka on alhaisempi kuin $10^{10} \Omega$. Antistaattiset ominaisuudet arvioitiin seuraavan asteikon mukaan, joka perustuu sähkövastuksen mitattuihin arvoihin:

R/Ω : $R > 10^{13} = 0$, $10^{11} < R < 10^{12} = \text{huono}$, $10^{10} < R < 10^{11} = \text{kohtuullinen}$, $R < 10^{10} = \text{hyvä}$.

Antistaattisia ominaisuuksia karakterisoitiin edelleen mittaamalla karstauksen aikana rainan staattinen varaus Eltex EM-01 Fieldmeter-laitteella. 25 g katkokuituja karstattiin 60 %:n suhteellisessa kosteudessa 25 °C:ssa ja sähkökenttä mitattiin laittamalla kenttäanturi rainan yläpuolelle 6,0 cm:n etäisyydelle.

Kuitujen vedenabsorptioaika

Kuidut karstattiin rainaksi ja vesisäiliön päälle asetetun rainan vajoamisaika määritettiin EDANA suositustestimenetelmän ERT 10.2-96.1. "Liquid Absorbency Time" mukaan.

Esimerkki 1

Polypropeenikuitutouvi, joka sisälsi 30500 filamenttia, ekstrudoitiin kuvassa 1 esitetyssä kompaktikehruulinjassa. Kuitujen, jotka eivät sisältäneet avivointiaineita, tiitteri oli 5,0 dtex. Kuitutouvi koronakäsiteltiin Sherman treaters PBS350 elektrodiksiöllä (kuvassa 1 (15)), joka oli yhdistetty Sherman treaters GX20-generaattoriin. Käsittelyenergia vaihteli välillä 0,3-1,6 J/cm². Vertailunäytteenä valmistettiin identtinen kuitutouvi ilman koronakäsittelyä.

Koronakäsittelyn vaikutusta tutkittiin mittaamalla veden kontaktikulma 10 yksittä-

sen kuitufilamentin pinnalla, jotka otettiin sattumanvaraisesti käsittelystä ja käsittelemättömästä kuitutouvista. Keskimääräiset kontaktikulma-arvot on esitetty taulukossa 1. Taulukko 1 osoittaa, että polypropeenikuitutouvin koronakäsittely nostaa touvin filamenttien vapaata pintaenergiaa. Tämä voidaan nähdä filamenttien veden kontaktikulma-arvojen pienenemisestä koronakäsittelyenergian funktiona.

Taulukko 1. Viimeistelemättömien polypropeenifilamenttien veden kontaktikulmat

Näyte	Koronaenergia J/cm^2	Kontaktikulma Advancing $^\circ$	Kontaktikulma Receding $^\circ$
1.0	0	101	96
1.1	0,3	89	74
1.2	0,8	93	83
1.3	1,6	85	69

Esimerkki 2

Tässä esimerkissä valmistettiin 3,5 dtex polypropeenikatkokuituja kuvassa 1 esitetyllä kompaktikehruulinjalla. Viitaten kuvaan 1, koronakäsittely (15) suoritettiin ensimmäisen avivoinnin (14) jälkeen, kuten esimerkissä 1 kuvataan. Toinen avivointi (21) tehtiin ennen kiharrinta (22). Tuotannon aikana koronakäsittelyenergia oli $0,6 \text{ J/cm}^2$. Valmistettiin neljä erää koronakäsiteltyjä katkokuituja, joilla avivointiainelisäys oli välillä 0,11 % - 0,20 % kuitujen painosta. Vertailunäytteinä valmistettiin koronakäsittelemättömät kuidut, joilla oli samat avivointiainelisäykset.

Kuitutouvin kontaktikulma koronakäsittelyn jälkeen mitattiin esimerkissä 1 kuvatulla tavalla 50 yksittäisen filamentin keskiarvona. Koronakäsitellyillä filamenteilla havaittiin advancing-kontaktikulma-arvo 93° ja receding-kontaktikulma-arvo 79° . Käsittelemättömien filamenttien kontaktikulma-arvot olivat vastaavasti 101° ja 91° . Kuitujen antistaattiset ominaisuudet karakterisoitiin mittaamalla kuitujen vastus.

Kuitujen hydrofiilisyyttä arvioitiin vedenabsorptio-aikatestimenetelmällä. Taulukossa 2 on esitetty kuitujen mitatut ominaisuudet eri avivointiainelisäyksillä.

Taulukko 2.

Näyte	Avivointiaineli- säys paino-%	Korona- energia J/cm ²	Vastus 10 ⁹ Ω	Antistaat- tiset omi- naisuudet	Vedenab- sorptio- kykyai- ka s
2.1	0,11	0	> 1000	0	> 600
2.2	0,13	0	100	huono	> 600
2.3	0,18	0	10	kohtalai- nen	3,4
2.4	0,20	0	6,4	hyvä	2,9
2.5	0,11	0,8	100	huono	> 600
2.6	0,13	0,8	8,3	hyvä	3,3
2.7	0,18	0,8	2,2	hyvä	2,3
2.8	0,20	0,8	1,5	hyvä	2,3

Kuten taulukosta 2 voidaan nähdä käsittelemättömät kuidut ovat hydrofobisia ja niillä on huonot antistaattiset ominaisuudet kun avivointiainelisäys on alle 0,18 paino-%. Toisaalta koronakäsitellyt kuidut ovat hydrofiilisiä ja niillä on hyvät antistaattiset ominaisuudet jo 0,13 paino-%:n avivointiainelisäyksellä. Tulokset taulukossa 2 osoittavat selvästi, että kun kuitutouvi koronakäsitellään, voidaan valmistaa riittävät antistaattiset ja hydrofiiliset ominaisuudet omaavat kuidut käyttämällä merkittävästi alennettuja avivointiainelisäyspitoisuuksia.

Esimerkki 3

5 Tässä esimerkissä valmistettiin 2,2 dtex polypropeenikatkokuituja kuvassa 1 esitetyllä kompaktikehruulinjalla esimerkissä 2 kuvatulla tavalla. Koronakäsittelyenergia oli 0,6 J/cm² valmistuksen aikana. Valmistettiin kaksi erää koronakäsiteltyjä katkokuituja, joilla avivointiainelisäys oli välillä 0,09 % - 0,12 % kuitujen painosta. Vertailunäytteinä valmistettiin käsittelemättömät kuidut, joilla oli samat avivointiainelisäykset.

10 Koronakäsittelyn jälkeen kuitutouvin kontaktikulma mitattiin esimerkissä 1 kuvatulla tavalla 40 yksittäisen filamentin keskiarvona. Koronakäsitellyillä filamenteilla havaittiin advancing-kontaktikulma-arvo 92° ja receding-kontaktikulma-arvo 83°. Käsittelemättömien filamenttien kontaktikulma-arvot olivat vastaavasti 97° ja 91°.

15 Kuitujen antistaattiset ja hydrofiiliset ominaisuudet karakterisoitiin esimerkissä 2 kuvatulla tavalla. Lisäksi karstauksen aikana kerääntynyt staattinen varaus mitattiin. Tulokset on esitetty taulukossa 3.

Taulukko 3.

Näyte	Avivointiaine- lisäys paino-%	Korona- energia J/cm ²	Vastus 10 ⁹ Ω	Anti- staattiset ominais- suudet	Muodostu- nut staatti- nen varaus -kV/m	Vedenab- sorptioky- kaika s
3.1	0,09	0	> 1000	0	> 50	> 600
3.2	0,12	0	50	kohta- lainen	16	> 600
3.3	0,09	0,6	260	huono	20	> 600
3.4	0,12	0,6	8,1	hyvä	9	> 600

5

Taulukossa 3 esitetyt tulokset osoittavat, että silloinkin, kun avivointiainelisäys on niin alhainen, ettei se tee kuituja hydrofiilisiksi (vajoamisaika-arvot > 600 s) koronakäsitellyillä kuiduilla on huomattavasti paremmat antistaattiset ominaisuudet, ja karstauksessa muodostuu noin 50 % vähemmän staattista varausta kuin käsittelemättömillä kuiduilla. Voidaan päätellä, että hyvät antistaattiset ominaisuudet omaavia karstattavia polypropeenikuituja voidaan valmistaa koronakäsittelyllä sulakeh-
 räyksen aikana, kun avivointiaineen lisäys on niinkin alhainen kuin 0,12 paino-%.

10

15

Patenttivaatimukset

1. Menetelmä hydrofobisten polymeerikuitufilamenttien, joilla on lisääntynyt vapaa pintaenergia, valmistamiseksi, joka menetelmä käsittää seuraavat vaiheet

- 5 - muodostetaan sula hydrofobisesta polymeerista,
 - sulakehrätään polymeeri filamenttien muodostamiseksi,
 - levitetään avivointiaine filamenteille,

tunnettu siitä, että menetelmä sisältää vaiheen, jossa filamenteille suoritetaan ainakin yksi pintakäsittelyvaihe niiden vapaan pintaenergian lisäämiseksi.

10

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että pintakäsittelyvaihe sisältää koronapurkaus-, plasma- tai liekkikäsittelyn.

3. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että polymeeri
15 on polyolefiini, edullisesti polypropeeni.

4. Patenttivaatimuksen 1, 2 tai 3 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että avivointiaine levitetään filamentille pintakäsittelyvaiheen jälkeen.

20 5. Minkä tahansa edellä esitetyn patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että pintakäsittelyvaihe suoritetaan filamenttien muodostamisen jälkeen sulakehräyksen jälkeen, tämän läheisyydessä.

6. Minkä tahansa edellä esitetyn patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, **tunnettu**
25 **tu** siitä, että se sisältää filamentin vetovaiheen.

7. Patenttivaatimuksen 6 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että kun vetovaiheessa käytetty vetosuhte on enemmän kuin 1,50, filamenteille suoritetaan pintakäsittelyvaihe vetovaiheen jälkeen.

30

8. Minkä tahansa edellä esitetyn patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että avivointiaineen lisäys on 0,05-0,3, edullisesti 0,05-0,2 paino-% lasket-

tuna filamentin painosta.

9. Minkä tahansa edellä esitettyjen patenttivaatimuksien 2-8 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että käytetty koronapurkausenergia on $0,3-1,6 \text{ J/cm}^2$.

5

10. Minkä tahansa edellä esitetyn patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että se sisältää seuraavat vaiheet

- filamenttien kiharrus ja leikkaus katkokuiduiksi,
- katkokuitujen karstausta ja nonwovenin muodostus niistä ja
- nonwovenin vesineulaus.

10

11. Tuotantolinja hydrofobisten polymeerikuitufilamenttien, edullisesti polyolefini-, kuten polypropeenikuitufilamenttien, valmistamiseksi, joka tuotantolinja käsittää

- laitteet (11,12) polymeerifilamenttien valmistamiseksi polymeerisulasta,
- laitteet (14,16, 21) avivointiaineen levittämiseksi filamenteille ja mahdollisesti laitteet filamenttien kihartamiseksi (23) ja leikkaamiseksi (24) katkokuiduiksi, **tunnettu** siitä, että tuotantolinja käsittää
- laitteet (15,20) filamenttien pintakäsittelyä niiden vapaan pintaenergian nostamiseksi.

15

20

12. Patenttivaatimuksen 11 mukainen tuotantolinja, **tunnettu** siitä, että pintakäsittelylaitteet käsittävät koronapurkaus- tai plasmakäsittely-yksikön.

13. Patenttivaatimuksen 11 tai 12 mukainen tuotantolinja, **tunnettu** siitä, että se sisältää laitteet filamenttien vetämiseksi.

25

14. Patenttivaatimuksen 13 mukainen tuotantolinja, **tunnettu** siitä, että pintakäsittelylaitteet on asennettu vetolaitteiden jälkeen filamenttien tuotantosuunnassa.

30

15. Minkä tahansa patenttivaatimuksista 1-10 mukaisella menetelmällä tai minkä tahansa patenttivaatimuksista 11-14 mukaisessa tuotantolinjassa valmistetun filamentin tai kuidun käyttö nonwovenin valmistamiseksi käyttäen vesineulausmenetelmää.

Patentkrav

1. Förfarande för framställning av hydrofoba polymerfiberfilament, vilka uppvisar en förhöjd fri ytenergi, vilket förfarande omfattar följande steg
- 5 - en smälta av hydrofob polymer bildas,
 - polymeren smältspinnas för att bilda filament,
 - aviveringsmedel appliceras på filamenten,
- kännetecknat** därav, att förfarandet omfattar ett steg, i vilket åtminstone ett ytbehandlingssteg utförs på filamenten för att höja deras fria ytenergi.
- 10
2. Förfarande enligt patentkravet 1, **kännetecknat** därav, att ytbehandlingssteget omfattar en koronaurdladdnings-, plasma- eller flambehandling.
3. Förfarande enligt patentkravet 1 eller 2, **kännetecknat** därav, att polymeren är
- 15 en polyolefin, företrädesvis polypropen.
4. Förfarande enligt patentkravet 1, 2 eller 3, **kännetecknat** därav, att aviveringsmedlet appliceras på filamenten efter ytbehandlingssteget.
- 20
5. Förfarande enligt något av de föregående patentkraven, **kännetecknat** därav, att ytbehandlingssteget utförs efter filamentbildningen efter smältspinningen, i närheten därav.
6. Förfarande enligt något av de föregående patentkraven, **kännetecknat** därav,
- 25 att det omfattar ett steg för dragning av filamentet.
7. Förfarande enligt patentkravet 6, **kännetecknat** därav, att då dragförhållandet som används i dragsteget är över 1,50, filamenten underkastas ett ytbehandlingssteg efter dragsteget.

8. Förfarande enligt något av de föregående patentkraven, **kännetecknat** därav, att aviveringsmedelstillsatsen är 0,05-0,3, företrädesvis 0,05-0,2 vikt-% beräknat på filamentvikten.
- 5 9. Förfarande enligt något av de tidigare patentkraven 2-8, **kännetecknat** därav, att den använda koronaur-laddningsenergin är 0,3-1,6 J/cm².
- 10 10. Förfarande enligt något av de tidigare patentkraven, **kännetecknat** därav, att det omfattar följande steg
- krusning av filamenten och kapning till stapelfibrer,
 - kardning av stapelfibrerna och framställning av nonwoven därav, och
 - vattennålning av nonwoven.
- 15 11. Produktionslinje för framställning av hydrofoba polymerfiberfilament, företrädesvis polyolefin-, såsom polypropenfiberfilament, vilken produktionslinje omfattar
- anordningar (11,12) för framställning av polymerfilament av en polymersmälta,
 - anordningar (14, 16, 21) för applicering av aviveringsmedel på
 - 20 filamenten och eventuellt anordningar för krusning (23) och kapning (24) av filamenten till stapelfibrer, **kännetecknad** därav, att produktionslinjen omfattar
 - anordningar (15, 20) för ytbehandling av filamenten för att höja deras fria ytenergi.
- 25 12. Produktionslinje enligt patentkravet 11, **kännetecknad** därav, att ytbehandlingsanordningarna omfattar en koronaur-laddnings- eller plasmabehandlingsenhet.

13. Produktionslinje enligt patentkravet 11 eller 12, **kännetecknad** därav, att den omfattar anordningar för dragning av filamenten.

5 14. Produktionslinje enligt patentkravet 13, **kännetecknad** därav, att ytbehandlingsanordningarna är anordnade efter draganordningarna i filamentens produktionsriktning.

10 15. Användning av ett filament eller en fiber framställd med ett förfarande enligt något av patentkraven 1-10 eller i en produktionslinje enligt något av patentkraven 11-14 för framställning av nonwoven i ett vattennålningsförfarande.

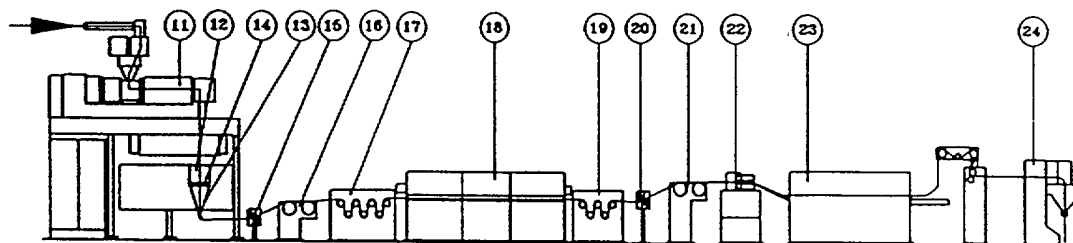


FIG. 1.

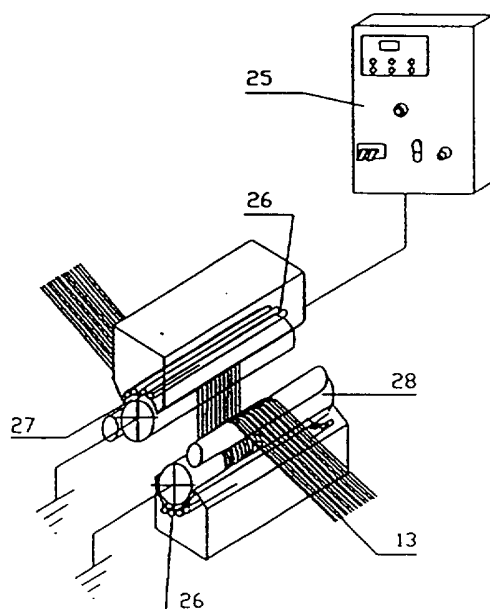


FIG. 2.

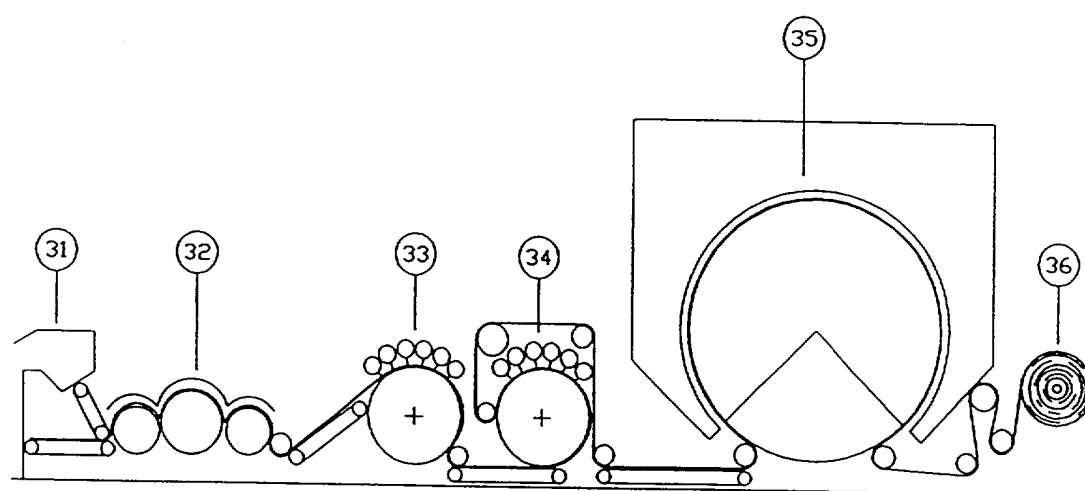


FIG. 3.