

(19) DANMARK



PATENTDIREKTORATET
TAASTRUP

(12) FREMLÆGGELSESSKRIFT

(11) 155532 B



(51) Int.Cl.⁴ D 01 F 8/06

(21) Patentansøgning nr.: 5417/79

(22) Indleveringsdag: 19 dec 1979

(41) Alm. tilgængelig: 21 jun 1980

(44) Fremlagt: 17 apr 1989

(86) International ansøgning nr.: -

(30) Prioritet: 20 dec 1978 JP 157880/78

(71) Ansøger: *Chisso Corporation; 6-32; Nakanoshima 3-chome; Kitaku; Osaka, JP

(72) Opfinder: Takayoshi *Nakajima; JP, Susumu *Tomioka; JP

(74) Fuldmægtig: Patentbureauet Magnus Jensens Eftf.

(54) Fremgangsmåde til fremstilling af polypropylen/polyethylenbikomponentfilamenter med side-ved-side-struktur

(56) Fremdragne publikationer

(57) Sammendrag:

5417-79

En fremgangsmåde til fremstilling af sammensatte fibre med bestanddelene beliggende side om side af polypropylen og polyethylen, og i det væsentlige uden krucning eller latent kruseevne, består i, at der udføres en sammensat spinning ved smelteekstrudering, idet man som bestanddele til anbringelse side om side bruger krystallinsk polypropylen med et grænseviskositetstal på 1,45 - 2,15 og et polyethylen med høj vægtfylde og med et grænseviskositetstal 0,85 - 1,05 under opfyldelse af betingelsen $D \times V > 5.000$, hvor V betegner opspolingshastigheden i m/min., og D betegner denier af opspolende ustrakte fibre, hvorpå man strækker de fremkomne filamenter til 3-5 gange den oprindelige længde ved en temperatur på 90°C eller derover.

DK 155532 B

Opfindelsen angår en fremgangsmåde til fremstilling af bikomponentfilamenter som nærmere angivet i kravets indledning.

5 Ved den foreliggende opfindelse anvises der en fremgangsmåde til fremstilling af side om side liggende bikomponentfilamenter bestående af polypropylen og polyethylen, hvilke fibre ikke eller næsten ikke udviser nogen krusning, og som derfor er egnede til fremstilling af ikke-vævede stoffer ad våd eller tør vej.

10 Den kendte teknik til fremstilling af ikke-vævede stoffer, som gør brug af ved smeltning sammenklæbende bikomponentfilamenter og bestående af bestanddele med indbyrdes smeltepunktforskel, og som gør brug af deres kruseevne og klæbeevne, er illustreret i US-PS 3.595.731 og 3.589.956.
15 Endvidere kendes bikomponentfilamenter bestående af en kombination af forskellige polyolefinkomponenter, og som sigter mod kruseevne, men som ikke sigter mod klæbeevne som følge af smeltepunktforskel, fra US-PS 3.505.164 og 3.509.013. Endvidere anviser US-PS 3.595.731 opnåelsen af
20 et ikke-vævet stof med tilstrækkelig sammenfiltring mellem filamenterne under anvendelse af deres latente kruseevne.

Imidlertid er det velkendt, at bikomponentfilamenter med meget stor kruseevne udviser en stor krympning i
25 forbindelse med udviklingen af krusningen. Når en bane omdannes til et ikke-vævet stof, forbedrer dannelsen af krusninger sammenfiltringen mellem filamenterne, hvorved der fås et elastisk ikke-vævet stof, men når på den anden side en bane kontinuerligt omdannes til et ikke-vævet stof,
30 sker der en hel del krympning samtidig med udviklingen af krusning, og derfor er den fremkomne bane utilfredsstillende i henseende til ensartethed i bredde og tykkelse, ligesom der foreligger en uensartethed i tætheden. Når endvidere en bane underkastes varmebehandling til opnåelse

af et ikke-vævet stof af den slags, som benyttes til quiltning, hvor kun overfladedelen tilvejebringer klæbning mellem filamenterne ved smeltning, opstår der den ulempe, at der kun opstår krympning i overfladelaget, hvorved der dannes rynker. Når man benytter sådanne konventionelle sammensatte filamenter med latent kruseevne, er det med det forhåndenværende teknikens standpunkt umuligt at udnytte deres karakteristiske egenskaber på grund af ovennævnte ulempe i tilfælde af masseproduktion, omend der kan opnås et karakteristisk ikke-vævet stof ved fremstilling i laboratoriemålestok. Det er således vanskeligt at bringe dem i kommerciel produktion. Ifølge ovennævnte US-PS 3.589.956 varmebehandles bikomponentfilamenter i fri tilstand, før de omdannes til ikke-vævede stoffer, nemlig med henblik på forebyggelsen af en sådan varmekrympning, som ledsager udviklingen af latent krusning på fremstillingstidspunktet. Imidlertid er fremgangsmåden ifølge dette patentskrift uønskværdig, fordi den er kompliceret, og fordi der sker en sammenklæbning mellem filamenterne under varmebehandlingen.

Til fremstilling af et ikke-vævet stof ved vådmetoden er bikomponentfilamenter med krusning også uønskværdige, fordi det er vanskeligt at fordele disse bikomponentfilamenter ensartet i vand, og følgelig er det umuligt at opnå et ensartet ikke-vævet stof fremstillet ved vådmetoden.

Formålet med opfindelsen er at anvise en fremgangsmåde til fremstilling af bikomponentfilamenter af polypropylen og polyethylen, som ikke kruser og heller ikke har eller næsten ikke har latent kruseevne, og som kan anvendes til fremstilling af ikke-vævede stoffer ved såvel vådmetoden som tørmetoden.

Fremgangsmåde ifølge opfindelsen er ejendommelig ved det i kravets kendetegnende del anførte.

Krystallinsk polypropylen skal her betegne krystallinske polymere i hovedsagen bestående af polypropylen, f.eks. 80 vægtprocent eller mere, og omfatter ikke blot propylenhomopolymer, men også dets copolymere med andre monomere såsom
5 ethylen, og i forbindelse med den foreliggende opfindelse benyttes sådanne med et grænseviskositetstal på 1,45-2,15, fortrinsvis 1,45-2,10 dl/g målt ved 135°C i tetrahydronaphthalen.

Endvidere skal polyethylen betegne polymere, som i
10 hovedsagen består af ethylen, f.eks. 80 vægtprocent eller mere, eller deres copolymere, og i forbindelse med den foreliggende opfindelse benyttes sådanne med et grænseviskositetstal på 0,85-1,10, fortrinsvis 0,85-1,05 dl/g målt ved 135°C i tetrahydronaphthalen.

15 Hvad angår polypropylen og polyethylen som de to bestanddele, som udgør de sammensatte fibre, kan polypropylen sættes til polyethylen, eller polyethylen kan sættes til polypropylen, når blot det er i det område, hvor opfindelsens formål opnås, og endvidere kan der tilsættes
20 kendte additiver såsom varmemestabilisatorer, lysstabilisatorer, gasmisfarvningsstabilisatorer, titandioxid og pigment som en tredje bestanddel.

Ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen til fremstilling af bikomponentfilamenter kan der benyttes kendte spinde-
25 apparater og strækkeapparater.

Normalt er temperaturen af smeltemassen af polypropylenbestanddele i området 200-350°C, medens den for polyethylenbestanddelens vedkommende ligger i området 170-300°C.

Der benyttes konventionelle spindedyser, hvorfra de to
30 bestanddele ekstruderes side om side, og vægtforholdet mellem de to bestanddele i et filament ligger i området fra

- 4 -

30:70 til 70:30, og der opnås gode resultater ved et foretrukket forhold mellem 40:60 og 60:40.

De filamenter med bestanddelene beliggende side om side, som fås ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen, udviser næppe nogen krusning og heller ikke nogen latent varme-kruseevne, ligesom der ikke iagttages nogen adskillelse af de to bestanddele. Således kan bikomponentfilamenterne benyttes til fremstilling af ikke-vævet stof ved vådmetoden og også ved tørmetoden, og der kan fremstilles særdeles gode ikke-vævede stoffer med stor ensartethed, som ikke krymper ved varmebehandling. Endvidere kan bikomponentfilamenterne let fremstilles med gængse apparater til fremstilling af bikomponentfilamenter med bestanddelene beliggende side om side, og der kan også let fremstilles tynde produkter på 3 denier eller mindre.

Opfindelsen skal forklares nærmere i forbindelse med tegningen, som viser et forhold mellem en kombination af aftrækningshastighed i m/min. med denier af ustrakte fibre og antallet af krusninger, hvor tallet 1 viser en kurve for $D \times L = 5000$.

I forbindelse med nedenstående eksempler skal anføres følgende målemetoder og definitioner på forskellige egenskaber.

Antallet af krusninger: Et fotografi tages under en begyndelsesbelastning på 10 mg/d, og af dette fotografi aflæses antallet af krusninger, som atter omsættes til antallet af krusninger pr. 25 mm.

Procentsats for varmekrympning af bane: En bane på 25 cm x 25 cm med parallelle filamenter varmebehandles i fri tilstand, og længden (a cm) i retning af filementaksen af den varmebehandlede bane måles, og ovenstående procentsats beregnes efter følgende formel:

Procentsats for varmekrympning af bane = $(1 - 25/a) \times 100$.

Ved denne procentsats for varmekrympning af banen er det muligt at kende udstrækningen af den latente varmekrympeevne af bikomponentfilamenterne.

5 Eksempler og sammenligningseksempler.

1. Krystallinske polypropylenere med forskellige egenviskositeter (i det følgende forkortet PP) og polyethylener med høj vægtfylde og forskellige grænseviskositetstal (i det følgende forkortet PE) ekstruderes gennem en spindedyse, beregnet til spinding med bestanddelene beliggende side om side med 240 huller og en huldiameter på 1,0 mm ved en temperatur for smeltemassen på PP-siden på 300°C og på PE-siden på 250°C i et forhold mellem bestanddelene på 50:50 og en aftrækningshastighed på 514 m/min. (DxV = 5397) til opnåelse af ustrakte filamenter med hver 10,5 denier.

De ustrakte filamenter strækkes i et strækkeforhold på 3,8 gange og ved en strækketemperatur på 100°C. De fremkomne strakte filamenter underkastes måling af antallet af krusninger. Endvidere underkastes de strakte filamenter en mekanisk krusning, idet man lader dem passere en krusekasse, hvorved der fås 13-14 krusninger/25 mm, hvorpå de skæres i en længde på 64 mm til opnåelse af stabelfibre. En kartet bane deraf varmebehandles ved 145°C i 5 min., og den fremkomne bane underkastes måling af procentsatsen for varmekrympning. Resultaterne er vist i tabel 1. Vurderingssymbolerne i denne tabel har følgende betydninger (dette gælder også de følgende tabeller):

Vedrørende antallet af krusninger:

30 o : 0-1 krusning/25 mm

Δ : 2-3 krusninger/25 mm

- 6 -

x : 4 eller flere krusninger/25 mm

Med hensyn til procentsats for varmekrympning af bane:

o : 10% eller mindre

Δ : 11-15%

x : 16% eller mere.

5

Bikomponentfibre med 3 krusninger eller mindre/25 mm (d.v.s. symbolerne o og Δ) og en procentsats for varmekrympning på 10% eller mindre (d.v.s. symbolet o) opfylder formålet med den foreliggende opfindelse.

Tabel 1

PE dl/g PP dl/g	1.20	1.04	0.97	0.90	0.86	0.83
2.32	x Δ	x o	x o	x o	x o	x o
2.13	x x	Δ o	o o	o o	o o	o o
1.90	x x	o Δ	o o	o o	o o	o o
1.60	x x	o x	o Δ	o o	o o	o o
1.47	x x	o x	o x	o Δ	o o	o o
1.40	x x	o x	o x	o x	o x	o Δ

I ovenstående tabel viser venstre øverste del over diagonalen antallet af krusninger, og den højre nederste del viser procentsatsen for varmekrympning af banen.

5 I tabel 1 fås der i tilfælde af brug af PP med et grænseviskositetstal på 1,47-2,13 dl/g og PE med et grænseviskositetstal på 0,83-1,04 dl/g som råmaterialer for bikomponentfilamenter, som næsten ikke viser nogen krusning, og der fås en bane deraf med lav procentsats for varmekrympning.

10 Endvidere udføres der forsøg under de samme betingelser som ovenfor, men med den forskel, at aftrækningshastigheden ændres til 1.000 m/min. Som et resultat heraf optræder der i tilfælde af brug af PP med et grænseviskositetstal på 1,40 i kombination med PE med forskellige
15 grænseviskositetstal som den anden bestanddel og også i tilfælde af brug af PE med et grænseviskositetstal på 0,83 i kombination med PP med forskellige grænseviskositetstal som den anden bestanddel fiberbrud i alle disse tilfælde, medens der fås de samme resultater som i tabel 1 i andre
20 kombinationer.

2. Ved anvendelse af PP med et grænseviskositetstal på 1,90 og PE med et grænseviskositetstal på 0,97 som bestanddele udføres der forsøg på samme måde som i ovenstående forsøg 1, men med den forskel, at aftrækningshastigheden varieres
25 som vist i tabel 2, hvorved man får ustrakte filamenter med hver 10,5 deniers, som derpå strækkes under de i tabel 2 viste betingelser. De fremkomne strakte filamenter underkastes måling af antallet af krusninger, og de deraf fremstillede baner underkastes måling af procentsatsen for
30 varmekrympning, begge dele på samme måde som i ovenstående forsøg 1. Resultaterne fremgår af tabel 2.

Det ses af tabel 2, at procentsatsen for varmekrympning af banen reduceres ved en strækketemperatur på 95°C eller derofter og ved et strækkeforhold på 3 gange eller mere, og når betingelserne i form af en aftrækningshastighed på 514 m/min. og et strækkeforhold på 6 gange eller derunder føjes til ovennævnte strækkebetingelser, bliver antallet af krusninger, som optræder ved afspænding efter strækning, nær nul.

3. (1) Der udføres forsøg på samme måde som i ovenstående forsøg 2 (men under tilføjelse af en betingelse bestående i en aftrækningshastighed på 1000 m/min.), men med den forskel, at de aftrukne ustrakte fibres denier bringes til at have forskellige værdier til opnåelse af ustrakte filamenter af forskellig denier, som derpå strækkes ved en strækketemperatur på 100°C og et strækkeforhold på 3,8 gange, og de fremkomne strakte fibre vurderes på samme måde som i ovenstående forsøg 2. Resultaterne er vist i tabel 3.

Tabel 3

(Talangivelserne i parenteserne: DxV)

aftræknings- hastig- hed m/min. Denier af ustrakte fibre	286	429	514	571	643	714	1000
5,8	x o	x o	x o	x o	x o	x o	o o
	(1659)	(2488)	(2981)	(3312)	(3729)	(4141)	(5800)
7,5	x o	x o	x o	x o	x o	o o	o o
	(2145)	(3218)	(3855)	(4283)	(4823)	(5355)	(7500)
9,0	x o	x o	x o	Δ o	o o	o o	o o
	(2574)	(3861)	(4626)	(5139)	(5787)	(6426)	(9000)
10,5	x o	x o	o o	o o	o o	o o	o o
	(3003)	(4505)	(5397)	(5996)	(6752)	(7497)	(10500)

(2) De i ovenstående forsøg (1) opnåede ustrakte filamenter strækkes ved en strækketemperatur på 90°C og et strækkeforhold på 5 gange, og de fremkomne ustrakte fibre vurderes på samme måde som i ovenstående forsøg (1). Resultaterne fremgår af tabel 4.

5

Tabel 4

aftræknings- hastig- hed m/min. Denier af ustrakte fibre	286	429	514	571	643	714	1000
5,8	x o	x o	x o	x o	x o	x o	o o
7,5	x o	x o	x o	x o	x o	Δ o	o o
9,0	x o	x o	x o	Δ o	o o	o o	o o
10,5	x o	x o	Δ o	o o	o o	o o	o o

Resultaterne af ovenstående forsøg (1) og (2) (tabel 3 og 4) er omtrent ens. Af denne omstændighed ses det, at procentsatsen for varmekrympning af banen kun bliver lav,

hvis kombinationen af grænseviskositetstallene af bestanddelene og strækkebetingelserne er opfyldt, som det ses i tabel 1 og 2, uden hensyn til denier af ustrakte filamenter og aftrækningshastighed på spindetidspunktet. På den anden side ses det også, at til reduktion af antallet af naturligt udviklede krusninger til nul, bør aftrækningshastigheden på tidspunktet for spindingen nedsættes i overensstemmelse med reduktionen i denier af de ustrakte filamenter.

Når antallet af krusninger i tabel 3 (100°C, strakt 3,8 gange) afsættes i et koordinatsystem, fås den viste tegning. Tallet 1 på tegningen viser en kurve for tilfældet $D \times V = 5000$, og det er klart, at området for ikke-krusning er beliggende i den højre øverste del af tegningen med kurven som grænse. Dette vil altså sige, at medmindre aftrækningshastigheden (V) forøges i overensstemmelse med en reduktion af bikomponentfilamenternes denier, er det umuligt at opnå filamenter uden krusning.

Grunden til, at der foreligger et sådant optimalt strækkeforhold og en høj temperaturstrækning, kan antages at være følgende, idet dog korrektheden af en sådan antagelse ikke skal have nogen indflydelse på værdien af den foreliggende opfindelse:

Når ustrakte filamenter, som ikke eller praktisk taget ikke er krystallinske, strækkes, skrider krystallisationen fremad under strækningen i overensstemmelse med orienteringen af deres molekyllkæder. Hvis strækkeforholdet i dette tilfælde er lavt, sameksisterer en del med molekyllær orientering med en del, hvor den molekyllære orientering endnu ikke optræder, og deres krystallisation er også ufuldstændig, og der dannes ikke ensartede filamenter. Følgelig kan sådanne bikomponentfilamenter have mange krusninger, og baner fremstillet deraf reduceres i

varmekrympning. Følgelig antages det, at et strækkeforhold på 3 gange eller mere er nødvendigt. På den anden side forholder det sig på den måde, at hvis strækkeforholdet overstiger 6 gange, skrider krystallisationen som følge af orientering næppe fremad. Også den spænding, som forbliver i molekylkæderne, forøges, og der udvikles krusninger som følge af forskellene mellem belastningen af PP og PE. Af denne grund antages det, at der forefindes et optimalt strækkeforhold. Hvad angår strækketemperaturen, antages det, at molekylkæderne ved udførelse af strækningen ved en temperatur over deres blødgøringspunkt orienteres i fiberaksens retning, og krystalliseres. Følgelig er antallet af krusninger lavt, ligesom varmekrympningen af banen er lille.

P A T E N T K R A V

Fremgangsmåde til fremstilling af bikomponentfilamenter ved smeltespinding af polypropylen og polyethylen som komponenter beliggende side om side efterfulgt af strækning, k e n d e t e g n e t ved,

5 at man fører en smeltemasse af krystallinsk polypropylen med et grænseviskositetstal på 1,45-2,15 dl/g målt ved 135°C i tetrahydronaphtalen som polypropylenbestanddel og en smeltemasse af polyethylen med et grænseviskositetstal på
10 0,85-1,05dl/g målt ved 135°C i tetrahydronaphtalen ind i en spindedyse, beregnet til fremstilling af sammensatte filamenter med bestanddelene beliggende side om side,

15 at man ekstruderer smeltemasserne gennem spindedysen på en sådan måde, at vægtforholdet mellem komponenterne ligger mellem 30:70 og 70:30,

at man aftrækker de fremkomne filamenter under opfyldelse af følgende betingelse:

$$D \times V > 5,000$$

20 hvor V betegner aftrækningshastigheden i m/min., og D betegner denier af de aftrukne ustrakte filamenter, og

25 at man strækker de fremkomne filamenter til 3-5 gange den oprindelige længde ved en temperatur på mindst 90°C, men under den temperatur, hvor filamenterne klæber til hinanden ved smeltning.

