



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110291233 A

(43)申请公布日 2019.09.27

(21)申请号 201780081078.2

乔纳森·H·亚历山大

(22)申请日 2017.12.29

(74)专利代理机构 中原信达知识产权代理有限

(30)优先权数据

责任公司 11219

62/439,997 2016.12.29 US

代理人 郭国清 宫方斌

(85)PCT国际申请进入国家阶段日

(51)Int.Cl.

2019.06.27

D01D 5/08(2006.01)

(86)PCT国际申请的申请数据

D01F 1/07(2006.01)

PCT/US2017/068854 2017.12.29

C08L 81/02(2006.01)

(87)PCT国际申请的公布数据

W02018/126085 EN 2018.07.05

(71)申请人 3M创新有限公司

地址 美国明尼苏达州

(72)发明人 任丽赞 吴平凡

丹尼尔·J·齐利格

萨钦·塔瓦尔

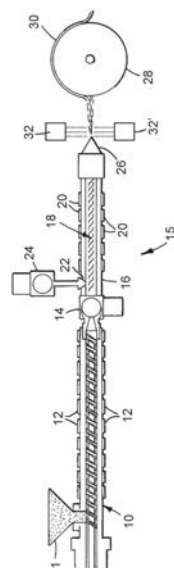
权利要求书2页 说明书28页 附图2页

(54)发明名称

尺寸上稳定的、耐火的熔喷纤维和包括阻燃聚合物的非织造结构

(57)摘要

尺寸上稳定的耐火纤维结构,其包括耐火熔喷非织造纤维,以及用于生产此类尺寸上稳定的耐火非织造纤维结构的方法和设备。所述熔喷纤维包含足量的聚(苯硫醚),使得所述非织造纤维结构呈现出通过一个或多个选自UL 94 V0、FAR 25.853(a)和FAR 25.856(a)的测试的耐火性,其中在非织造纤维结构无任何卤代阻燃添加剂。一旦离开熔喷模具的至少一个孔,立即使该熔喷纤维在低于聚(苯硫醚)的熔融温度的温度下经受控的自由开松式热处理操作处理,以便向纤维赋予尺寸上的稳定性。包括该自由开松式热处理的熔喷纤维的所述非织造纤维结构表现出的收缩小于在采用相同制备方法但仅纤维未经所述受控的自由开松式热处理操作处理的结构上所测得的收缩,并且通常小于15%。



1. 一种非织造纤维结构,所述非织造纤维结构包含:

多根熔喷纤维,所述多根熔喷纤维包含足量的聚(苯硫醚),使得所述非织造纤维结构呈现出通过一个或多个选自UL94V0、FAR25.853(a)、FAR25.856(a)、AITM20007A和AITM3-0005的测试的耐火性,其中无任何卤化阻燃添加剂,其中所述非织造纤维结构为尺寸上稳定的并表现出小于15%的收缩,任选地其中所述多根熔喷纤维不以有效实现成核的量包含成核剂。

2. 根据权利要求1所述的非织造纤维结构,所述非织造纤维结构还包含多根短纤维。

3. 根据权利要求2所述的非织造纤维结构,其中所述多根短纤维为非熔喷纤维。

4. 根据权利要求2所述的非织造纤维结构,其中所述多根短纤维包含(聚苯硫醚)短纤维、非热稳定的聚(对苯二甲酸乙二醇酯)短纤维、热稳定的聚(对苯二甲酸乙二醇酯)短纤维、聚(萘二甲酸乙二醇酯)短纤维、氧化的聚(丙烯腈)短纤维、芳族聚芳酰胺短纤维、玻璃短纤维、陶瓷短纤维、金属短纤维、碳短纤维或它们的组合物。

5. 根据权利要求2所述的非织造纤维结构,其中所述多根短纤维组成不超过所述非织造纤维结构的重量的90重量%。

6. 根据权利要求1所述的非织造纤维结构,其中所述多根熔喷纤维还包含热塑性半结晶(共)聚合物,其选自聚对苯二甲酸乙二醇酯、聚对苯二甲酸丁二醇酯、聚(萘二甲酸乙二醇酯)、聚(乳酸),聚(羟基)丁酸酯、聚(对苯二甲酸丙二醇酯)、聚碳酸酯、聚醚酰亚胺(PEI)或它们的组合物。

7. 根据权利要求6所述的非织造纤维结构,其中所述热塑性半结晶(共)聚合物的量不超过所述多根熔喷纤维的重量的50重量%。

8. 根据权利要求6所述的非织造纤维结构,其中所述多根熔喷纤维还以不超过所述非织造纤维结构的重量的15重量%的量包含至少一种热塑性非结晶(共)聚合物。

9. 根据权利要求1所述的非织造纤维结构,所述非织造纤维结构还包含多个微粒,任选地其中所述多个微粒包括无机微粒。

10. 根据权利要求9所述的非织造纤维结构,其中所述多个微粒包含阻燃微粒、膨胀微粒或它们的组合物。

11. 根据权利要求9所述的非织造纤维结构,其中基于所述非织造纤维结构的重量,所述多个微粒以不大于40重量%的量存在。

12. 根据权利要求1所述的非织造纤维结构,其中所述非织造纤维结构选自垫、纤维网、片材、稀纱布、织物或它们的组合物。

13. 一种制品,所述制品包含根据权利要求1所述的非织造纤维结构,

其中所述制品选自隔热制品、隔音制品、流体过滤制品、擦拭物、手术用消毒帷帘、伤口敷料、服装、口罩或它们的组合物。

14. 根据权利要求13所述的制品,其中所述非织造纤维结构的厚度为0.5cm至10.5cm。

15. 一种制造尺寸上稳定的、耐火的非织造纤维结构的方法,所述方法包括:

a) 通过使包含聚苯硫醚的熔融流穿过熔喷模具的多个孔来形成多根熔喷纤维;

b) 一旦步骤(a)的所述熔喷纤维离开所述多个孔,立即使所述熔喷纤维的至少一部分经受控的自由开松式热处理操作处理,其中所述受控的自由开松式热处理操作是在低于所述熔喷纤维的所述部分的熔融温度的温度下进行,持续足够的时间以使得经所述受控的自

由开松式热处理操作处理的所述纤维的所述部分内的至少一部分分子实现应力弛豫;和

c) 在收集器上收集步骤(b)的经所述受控的自由开松式热处理操作处理的所述熔喷纤维的所述部分的至少一些,以形成非织造纤维结构,其中所述非织造纤维结构表现出的收缩小于在没有经步骤(b)的所述受控的自由开松式热处理操作处理的同样制备的结构上所测量到的收缩,并且进一步地,其中所述非织造纤维结构呈现出通过一个或多个选自UL94V0、FAR25.853(a)、FAR25.856(a)、AITM20007A和AITM3-0005的测试的耐火性,其中无任何添加的阻燃添加剂,任选地其中所述多根熔喷纤维不以有效实现成核的量包含成核剂。

尺寸上稳定的、耐火的熔喷纤维和包括阻燃聚合物的非织造结构

技术领域

[0001] 本公开涉及包括阻燃聚合物的熔喷、耐火纤维,并且更具体地,涉及包括此类熔喷纤维的尺寸上稳定的、耐火的非织造纤维结构以及制备此类结构的方法。

背景技术

[0002] 熔喷是一种用于形成热塑性(共)聚合物纤维的非织造纤维网的方法。在典型的熔喷工艺中,一种或多种热塑性(共)聚合物流通过包含密集布置的孔的模具被挤出,并通过高速热空气流的汇聚进行衰减,以形成微纤维,微纤维被收集以形成熔喷非织造纤维网。

[0003] 通常用于形成常规熔喷非织造纤维网的热塑性(共)聚合物包括聚乙烯(PE)和聚丙烯(PP)。熔喷非织造纤维网适用于多种应用,包括隔音和隔热、过滤介质、手术用消毒帷帘和擦拭物等等。

发明内容

[0004] 常规熔喷非织造纤维网的缺陷之一是在后续加工或使用例如用作隔热材料时,即使加热到中等温度也容易发生收缩。当熔喷纤维包括热塑性聚酯(共)聚合物时,此类收缩可能是特别有问题的;例如,聚(对苯二甲酸乙二醇酯)、聚(乳酸)、聚(萘二甲酸乙二醇酯)或它们的组合物;在某些应用中,为了获得更高的温度性能,这可能是期望的。

[0005] 此类常规熔喷非织造纤维网的另一个限制是,所述纤维通常包含不耐火的材料,如果非织造纤维网旨在用于受防火或火焰传播法规限制的应用,例如限制在客车绝缘制品中使用的材料的规定,则通常迫使向纤维中添加阻燃试剂(即,阻燃剂)。在某种程度上由于其环境的持久性,某些卤化阻燃剂最近已变得不受欢迎。因此,期望开发用于生产不含卤化阻燃剂的耐火的、尺寸上稳定的熔喷非织造纤维结构的熔喷工艺。

[0006] 因此,在一个方面,本公开描述了耐火的、尺寸上稳定的非织造纤维结构,其包括多个包含阻燃聚合物的熔喷纤维。耐火的非织造纤维结构表现出耐火性,如经由通过一个或多个选自UL 94 V0、FAR25.853、FAR 25.856、AITM20007A和AITM 3-0005的测试所证实的,其中无任何添加的卤化阻燃剂。优选地,阻燃非织造纤维结构在尺寸上是稳定的,并且表现出小于15%的收缩。

[0007] 在某些示例性的实施方案中,可期望在非织造纤维结构中包括非卤化阻燃剂。在其他示例性的实施方案中,所述熔喷纤维不含除了阻燃聚合物之外的阻燃试剂(即,阻燃剂)。在某些示例性的实施方案中,熔喷纤维不以有效实现成核的量包含成核剂。

[0008] 在另一个方面,本公开描述了一种用于生产尺寸上稳定的包括阻燃纤维的熔喷非织造纤维结构的方法,并且更具体地,尺寸上稳定的、阻燃的、包括为阻燃剂的一种聚合物的熔喷非织造纤维结构。

[0009] 在一些示例性实施方案中,该方法包括通过将包括聚(苯硫醚)的熔融聚合物流穿过熔喷模具的多个孔形成多个熔喷纤维,一旦该熔喷纤维离开多个孔时,立即使熔喷纤维

的至少一部分经受控的自由开松式热处理操作处理,其中该受控的自由开松式热处理操作是在低于该部分熔喷纤维的熔融温度的温度下进行,持续足够的时间以使得经受控的自由开松式热处理操作的该纤维的该部分内的至少一部分分子实现应力弛豫,并且在收集器收集经受控的自由开松式热处理操作处理的熔喷纤维的该部分的至少一些,以形成非织造纤维结构。该非织造纤维结构表现出的收缩(使用本文所述的方法进行测试)小于采用相同制备方法但未经受控的自由开松式热处理操作处理的结构所测得的收缩。

[0010] 在其他示例性实施方案中,该方法包括向熔喷模具提供包括热塑性材料的熔融流,该热塑性材料包括高比例的(即,基于所述熔喷纤维的重量,至少50重量%)聚(苯硫醚),将热塑性材料熔喷到至少一根纤维中,并且使该至少一根纤维在离开熔喷模具时以及作为非织造纤维结构在收集器上收集之前,在低于聚(苯硫醚)熔融温度的温度下立即经受控的自由开松式热处理操作处理足够长的时间,使非织造纤维结构表现出(当使用本文所述的方法检测时)比在没有经受控的自由开松式热处理操作处理的同样制备的结构上所测量到的收缩更小的收缩。优选地,热塑性材料不以有效实现成核的量包含成核剂,

[0011] 本公开的各种示例性实施方案进一步通过以下示例性实施方案列表说明,其不应被理解为不当限制本公开:

[0012] 示例性实施方案列表:

[0013] A. 非织造纤维结构,所述非织造纤维结构包含多根熔喷纤维,所述多根熔喷纤维包含足量的聚(苯硫醚),使得非织造纤维结构呈现出通过一个或多个选自UL 94V0、FAR 25.853(a)、FAR 25.856(a)、AITM20007A和AITM 3-0005的测试的耐火性,其中无任何卤化阻燃添加剂,其中非织造纤维结构为尺寸上稳定的并表现出小于15%的收缩,任选地其中多根熔喷纤维不以有效实现成核的量包含成核剂。

[0014] B. 实施方案A所述的非织造纤维结构还包含多根短纤维。

[0015] C. 实施方案B所述的非织造纤维结构,其中所述多根短纤维为非熔喷纤维。

[0016] D. 实施方案B或C所述的非织造纤维结构,其中所述多根短纤维包含(聚苯硫醚)短纤维、非热稳定的聚(对苯二甲酸乙二醇酯)短纤维、热稳定的聚(对苯二甲酸乙二醇酯)短纤维、聚(萘二甲酸乙二醇酯)短纤维、氧化的聚(丙烯腈)短纤维、芳族聚芳酰胺短纤维、玻璃短纤维、陶瓷短纤维、金属短纤维、碳短纤维或它们的组合物。

[0017] E. 实施方案B-D中任一项所述的非织造纤维结构,其中所述多根短纤维组成不超过所述非织造纤维结构的重量的90重量%。

[0018] F. 前述实施方案中任一项所述的非织造纤维结构,其中所述多根熔喷纤维还包含热塑性半结晶(共)聚合物,其选自:聚对苯二甲酸乙二醇酯、聚对苯二甲酸丁二醇酯、聚(萘二甲酸乙二醇酯)、聚(乳酸),聚(羟基)丁酸酯、聚(对苯二甲酸丙二醇酯)、聚碳酸酯、聚醚酰亚胺(PEI)或它们的组合物。

[0019] G. 前述实施方案中任一项所述的非织造纤维结构,其中所述多根熔喷纤维还以不超过所述多根熔喷纤维的重量的15重量%的量包含至少一种热塑性非结晶(共)聚合物。

[0020] H. 实施方案F或G所述的非织造纤维结构,其中所述热塑性半结晶(共)聚合物的量不超过所述多根熔喷纤维的重量的50重量%。

[0021] I. 前述实施方案中任一项所述的非织造纤维结构,其中所述多根熔喷纤维表现出不超过约10微米的中值纤维直径。

[0022] J. 前述实施方案中任一项所述的非织造纤维结构表现出约0.5%至约12%的密实度。

[0023] K. 前述实施方案中任一项所述的非织造纤维结构表现出40gsm至约1,000gsm的基重。

[0024] L. 前述实施方案中任一项所述的非织造纤维结构,其中如使用本文所公开的测试方法测得的压缩强度大于1kPa。

[0025] M. 前述实施方案中任一项所述的非织造纤维结构,其中如使用本文所公开的测试方法测得的最大负荷拉伸强度大于10牛顿。

[0026] N. 前述实施方案中任一项所述的非织造纤维结构还包含多个微粒,任选地其中所述多个微粒包括无机微粒。

[0027] O. 实施方案N所述的非织造纤维结构,其中所述多个微粒包含阻燃微粒、膨胀微粒或它们的组合物。

[0028] P. 实施方案N或O所述的非织造纤维结构,其中基于所述非织造纤维结构的重量,该多个微粒以不大于40重量%的量存在。

[0029] Q. 前述实施方案中任一项所述的非织造纤维结构,其中所述非织造纤维结构选自垫、纤维网、片材、稀纱布、织物或它们的组合物。

[0030] R. 包含前述实施方案中任一项所述的非织造纤维结构的制品,其中所述制品选自隔热制品、隔音制品、流体过滤制品、擦拭物、手术用消毒帷帘、伤口敷料、服装、口罩或它们的组合物。

[0031] S. 实施方案R所述的制品,其中所述非织造纤维结构的厚度为0.5cm至10.5cm。

[0032] T. 一种制造尺寸上稳定的、耐火的非织造纤维结构的方法,其包括:

[0033] a) 通过使包含聚苯硫醚的熔融流穿过熔喷模具的多个孔来形成多根熔喷纤维;

[0034] b) 一旦步骤(a)的熔喷纤维离开多个孔,立即使熔喷纤维的至少一部分经受控的自由开松式热处理操作处理,其中该受控的自由开松式热处理操作是在低于熔喷纤维的部分的熔融温度的温度下进行,持续足够的时间以使得经受控的自由开松式热处理操作处理的部分纤维内的至少一部分分子实现应力弛豫;和

[0035] c) 在收集器上收集步骤(b)的经受控的自由开松式热处理操作处理的熔喷纤维的所述部分的至少一些,以形成非织造纤维结构,其中该非织造纤维结构表现出的收缩小于在没有经步骤(b)的受控的自由开松式热处理操作处理的同样制备的结构上所测量到的收缩,并且进一步地,其中该非织造纤维结构呈现出通过一个或多个选自UL 94V0、FAR 25.853(a)、FAR 25.856(a)、AITM20007A和AITM 3-0005的测试的耐火性,其中无任何卤化阻燃添加剂,任选地其中该多根熔喷纤维不以有效实现成核的量包含成核剂。

附图说明

[0036] 结合附图,考虑本公开的各种实施方案的以下详细说明,可更彻底地理解本公开,其中本领域的普通技术人员应当了解,附图仅示出某些示例性实施方案,且并不旨在限制本公开的更广泛的方面。

[0037] 图1A是本公开的示例性实施方案中用于形成熔喷纤维和对熔喷纤维进行自由开松式热处理的一种示例性设备的总体示意图。

[0038] 图1B是本公开的示例性实施方案中用于形成熔喷纤维和对熔喷纤维进行自由开松式热处理的另一种示例性设备的总体示意图。

[0039] 在说明书和附图中重复使用的参考符号旨在表示本公开的相同或类似的特征结构或元件。虽然可能未按比例绘制的以上附图示出了本公开的各种实施方案,但还可以设想其它实施方案,如在具体实施方式中所指出。

具体实施方式

[0040] 在以下具体实施方式中,参考了构成本说明书的一部分的一组附图,并且在附图中通过举例说明的方式示出了若干具体的实施方案。应当理解,在不脱离本公开的范围或实质的情况下,能够设想并作出其它实施方案。因此,以下具体实施方式不应被视为具有限制意义。

[0041] 除非另外指明,否则本说明书和权利要求书中所使用的表达特征尺寸、量和物理特性的所有数在所有情况下均应理解成由术语“约”修饰。因此,除非有相反的说明,否则在上述说明书和所附权利要求书中列出的数值参数均为近似值,这些近似值可根据本领域的技术人员利用本文所公开的教导内容来寻求获得的期望特性而变化。最低程度上说,并且在不试图将等同原则的应用限制到受权利要求书保护的实施方案的范围内,至少应根据所报告的数值的有效数位并通过应用惯常的四舍五入法来解释每个数值参数。此外,具有端点的数值范围的使用包括该范围内的所有数(例如,1至5包括1、1.5、2、2.75、3、3.80、4和5),以及该范围内的任何更窄范围或单个值。

[0042] 术语表:

[0043] 在整个说明书和权利要求书中使用某些术语,虽然大部分为人们所熟知,但仍可能需要作出一些解释。应当理解,如本文所用:

[0044] 提及数值或几何形状的术语“约”、“近似”或“大约”意指该数值或具有普遍公认边数的几何形状的相邻两边之间的内角的值的 \pm 五百分比,其明确地包括所述数值或角度值的 \pm 五百分比内的任何更窄范围,以及精确数值或角度值。例如,“约”100℃的温度是指从95℃到105℃的温度(包括端值),但是也明确包括任何更窄的温度范围或甚至在该范围内的单个温度,包括例如精确为100℃的温度。

[0045] 提及特性或特征的术语“基本上”意指特性或特征表现为在该特性或特征的2%以内,但是也明确地包括该特性或特征的2%范围内的任何更窄范围以及该特性或特征的精确值。例如,“基本上”透明的基底是指透射98%至100%的入射光的基底。

[0046] 术语“一个”、“一种”和“该/所述”包括多个指代物,除非本文内容另外明确指明。因此,例如,提及包含“一种化合物”的材料包括两种或更多种化合物的混合物。

[0047] 术语“或”一般以包括“和/或”的意思采用,除非内容另外清楚指明。

[0048] 术语“(共)聚合物”意指分子量为至少约10,000克/摩尔(在一些实施方案中,在10,000克/摩尔至5,000,000克/摩尔范围内)的相对较高分子量的材料。术语“(共)聚合物”(“(co) polymer”或“(co) polymers”)包括均聚物和共聚物,以及可例如通过共挤出或通过反应(包括例如,酯交换反应)以可混溶共混物形式形成的均聚物或共聚物。术语“(共)聚合物”(“(co) polymer”)包括无规、嵌段和星形(例如,树枝状)(共)聚合物。

[0049] 术语“熔喷”和“熔喷方法”意指通过下列方式形成非织造纤维网的方法:穿过至少

一个或多个孔挤出熔化的包含一种或多种热塑性(共)聚合物的成纤材料以形成原丝,同时使原丝与空气或其他细化用流体接触以将原丝细化成分散纤维,随后收集细化纤维。示例性熔吹工艺在例如美国专利号6,607,624 (Berrigan等人)中教导。

[0050] 术语“熔喷纤维”意指通过熔喷或熔喷法制备的纤维。该术语一般用于指称由一种或多种热塑性(共)聚合物的一种或多种熔融流形成的短纤维,该短纤维从熔喷模具的一个或多个喷丝孔挤出,然后冷却以形成硬化纤维及其中包含该硬化纤维的纤维网。使用这些命名仅是为了方便描述。在本文所述的方法中,在局部硬化的纤维与仍包含略微发粘和/或半熔融的表面的纤维之间可能没有明确的分界线。

[0051] 术语“模具”意指在聚合物熔融处理和纤维挤出方法中使用的包括至少一个喷丝孔的加工组件,包括但不限于熔喷。

[0052] 术语“不连续”在用于纤维或纤维集合时,是指纤维具有基本上有限的纵横比(例如,长度与直径的比率为例如小于约10,000)。

[0053] 术语“被取向”在用于纤维时,意指纤维内的(共)聚合物分子的至少一部分例如通过在纤维流离开模具时使用拉延方法或缩束装置,与纤维的纵向轴线对齐。

[0054] 术语“非织造纤维网”或“非织造网”意指纤维集合,其特征不在于纤维通过缠结或点粘结形成纤维网或垫子,该片材或垫子表现出交织的各个纤维或长丝的结构,但是与针织物的方式不同。

[0055] 术语“单组分”当用于纤维或纤维集合时是指在其整个横截面上具有基本相同组成的纤维;单组分包括共混物(即,(共)聚合物混合物)或含有添加剂的材料,其中基本上均匀组成的连续相在整个纤维横截面上并在纤维长度内延伸。

[0056] 术语“直接收集的纤维”描述的是通过从一组孔挤出熔融纤维并在收集器表面上收集至少部分硬化的纤维作为纤维,而长丝或纤维不接触孔和收集器表面之间的偏转器等,进而基本上在一个操作中被形成并收集成纤维网的纤维。

[0057] 术语“褶皱”描述了非织造纤维结构或纤维网,其中纤维网的至少一部分被折叠以形成包括多行大致平行、相反取向的折叠部的构型。同样地,非织造纤维结构或纤维网整体的成褶区别于单独的纤维的卷曲。

[0058] 相对于非织造纤维结构(例如,非织造纤维网等等)使用的术语“自支承”描述了结构不包括邻接的线材、网片、或其他硬化材料的增强层,即使包含此类基体的褶皱型滤芯可以包括顶端稳定化(例如,平面线材面层)或周边增强件(例如,边缘粘合剂或滤框)以增强滤芯的选定部分。另选地或除此之外,术语“自支承”描述了一种滤芯,该滤芯在不需要位于过滤器介质中的加强层、双组分纤维、粘合剂或其他增强件的情况下便具有抗变形能力。

[0059] 术语“纤维网基重”由10cm×10cm纤维网样品的重量计算,并且通常用克/平方米(gsm)表示。

[0060] 在施加压力为150Pa的条件下,使用测试脚尺寸为5cm×12.5cm的厚度测试计在10cm×10cm纤维网样品上测量“纤维网厚度”。

[0061] 术语“堆密度”是每单位体积的构成纤维网的本体聚合物或聚合物共混物的质量,该术语取自文献。

[0062] 术语“密实度”是与密度和纤维网渗透性和孔隙度成相反关系的非织造纤维网性能(低密实度对应于高渗透性和高孔隙度),并且由以下公式限定:

$$[0063] \quad \text{密实度}(\%) = \frac{[3.937 \times \text{纤维网基重}(\text{g/m}^2)]}{[\text{纤维网厚度}(\text{密耳}) \times \text{堆密度}(\text{g/cm}^3)]}$$

[0064] 通过产生纤维结构的一个或多个图像,诸如通过使用扫描电镜,测定给定非织造熔喷纤维结构(例如纤维网)或组分群中纤维的术语“中值纤维直径”;测量所述一副或多幅图像中的清晰可见的纤维的纤维直径,从而得到总数为x的纤维直径;以及计算x个纤维直径的中值纤维直径。通常,x大于约50,并且有利地在约50至约2的范围内。然而,在一些情况下,x可被选择为小至30或甚至20。x的这些更小的值可尤其适用于大直径纤维,或用于高度缠结的纤维。

[0065] 对于(共)聚合物或(共)聚合物纤维或纤维网的术语“标称熔点”对应于所述温度,在该温度下,如果在熔融区域中仅有一个最大值,则使用如本文所述的调制差示扫描量热法(MDSC)获得的第一次加热总热流曲线图的峰最大值,发生在(共)聚合物或纤维熔融的区域;以及如果存在一个以上最大值,该一个以上最大值指示一个以上标称熔点(例如,由于两种不同结晶相的存在),作为发生最高幅熔融峰值的温度。

[0066] 术语“微粒”和“粒子”实质上可互换使用。一般来讲,微粒或粒子意指细分形式的材料的不同小块或单个部分。然而,微粒也可包括以细分形式相关或群聚在一起的单个粒子的集合。因此,本公开的某些示例性实施方案中所使用的单独微粒可以聚集、物理地互相结合、静电地相关或以其他方式相关以形成微粒。在某些情形下,可以有意地形成单个微粒的聚集体形式的微粒,例如在美国专利5,332,426(Tang等人)中所描述的那些。

[0067] 提及熔喷非织造纤维结构或纤维网的术语“多孔”意指透气的。提及微粒的术语“多孔”意指气体或液体可透过的。

[0068] 术语“微粒装填法”或“粒子装填方法”意指在纤维流或纤维网形成的同时将微粒添加到其中的方法。在例如美国专利4,818,464(Lau)和4,100,324(Anderson等人)中提出了示例性微粒装填方法。

[0069] 术语“微粒装填的介质”或“微粒装填的非织造纤维网”意指这样一种非织造纤维网,所述非织造纤维网具有开口结构的缠结的离散纤维块,含有陷入纤维内或粘合至纤维的微粒,所述微粒是化学活性的。

[0070] 术语“陷入”意指微粒分散并物理地固定在纤维网的纤维中。一般来讲,沿纤维和微粒存在点和线接触,以使得微粒的几乎整个表面区域可用于与流体相互作用。

[0071] 现在将具体参考附图对本公开的各种示例性实施方案进行描述。在不脱离本公开实质和范围的情况下,可对本公开的示例性实施方案进行各种修改和更改。因此,应当理解,本公开的实施方案并不限于以下所述的示例性实施方案,而应受权利要求书及其任何等同物中示出的限制因素的控制。

[0072] 本公开描述了用纤维制备耐火的、尺寸上稳定的熔喷非织造纤维结构(例如,垫、纤维网、片材、稀纱布、织物等等)的方法及相关的设备,该纤维包含、基本上由或由聚(苯硫醚)和任选的一种半结晶的聚酯(共)聚合物或多种半结晶的聚酯(共)聚合物的组合物组成。

[0073] 在本公开的设备和方法之前,难于熔喷包含聚酯(共)聚合物的热塑性(共)聚合物纤维,尤其是具有小于约10微米的直径或厚度的此类纤维。为熔喷此类纤维,相应的热塑性聚酯(共)聚合物通常必须加热至远高于其标称熔点的温度。

[0074] 热塑性聚酯(共)聚合物的此类高温加热可导致一种问题或多种问题的任何组合,所述问题可包括例如(共)聚合物的过度劣化、脆弱和易碎纤维网,以及熔喷过程中微粒状(共)聚合物(通常称作“砂”)的形成。即使在熔喷聚酯(共)聚合物纤维利用常规方法来生产时,由此类纤维制成的纤维网和其他纤维结构在等于或高于用于制备纤维的聚酯(共)聚合物的玻璃化转变温度的温度下通常表现出过度收缩或其他不良的尺寸稳定性。

[0075] 本发明人已经发现了一种熔喷纤维并且形成尺寸上稳定的、耐火的熔喷非织造纤维结构(例如纤维网)的方法,该方法使用包含聚(苯硫醚)的热塑性(共)聚合物和任选的至少一种热塑性半结晶聚酯(共)聚合物或多种热塑性半结晶聚酯(共)聚合物。

[0076] 此类纤维表现出若干期望的特性,包括例如以下特性中的一种或任何组合:相对较低的成本(例如,制造和/或原材料成本)、耐久性、减小热暴露时的收缩、升高的温度下提高的尺寸稳定性、耐火性或阻燃性,以及在火灾中减少的烟雾产生和烟雾毒性。本公开也可用于提供环境友好的非卤代耐火聚酯基非织造纤维结构。

[0077] 因为该熔喷纤维用在升高的温度下尺寸上稳定的(共)聚合物材料制成,所以由此类纤维制成的非织造纤维结构(例如,垫、纤维网、片材、稀纱布、织物等等)和由此类纤维结构制成的制品(例如,隔热、隔音和绝缘制品、液体和气体滤网、服装和个人防护设备)可使用于较高的温度环境中,同时表现出仅轻微(如果有的话)的收缩。在暴露于根据本公开的实施方案所提供的热时,将不会显著收缩的尺寸上稳定的耐火熔喷非织造纤维结构(例如,纤维网)的开发将拓宽此类纤维网的有用性和工业应用。此类熔喷微纤维网可特别适合用作隔热制品和高温隔音制品。

[0078] 非织造纤维结构

[0079] 在一个方面,本公开提供了包含多根熔喷纤维的非织造纤维结构,所述熔喷纤维包含足量的聚(苯硫醚),使得非织造纤维结构呈现出通过一个或多个选自UL 94V0、FAR 25.853(a)、FAR 25.856(a)、AITM20007A和AITM 3-0005的测试的耐火性,其中无任何添加卤化阻燃添加剂。该非织造纤维结构在尺寸上是稳定的,并且表现出小于15%的收缩。在某些示例性的实施方案中,多根熔喷纤维不以有效实现成核的量包含成核剂。

[0080] 该非织造纤维结构可采用多种形式,包括垫、纤维网、片材、稀纱布、织物以及它们的组合物。在自由开松式热处理并作为非织造纤维结构的熔喷纤维收集后,如下文进一步所述,该非织造纤维结构表现出小于约15%、14%、13%、12%、11%、10%、9%、8%、7%、6%、5%、4%、3%、2%或至少1%的收缩(使用下文所述的收缩测试方法进行测定)。

[0081] 熔喷纤维

[0082] 本公开的熔喷非织造纤维结构或纤维网一般包含可视为短纤维的熔喷纤维。然而,根据所选择的操作参数,例如熔融状态固化的程度,收集的纤维可以是半连续的或基本上不连续的。

[0083] 在某些示例性实施方案中,本公开的熔喷纤维可以是被定向的(即,具有分子取向)。

[0084] 在一些示例性实施方案中,该非织造纤维结构或纤维网中的熔喷纤维可表现出不超过约10微米(μm)、9 μm 、8 μm 、7 μm 、5 μm 、4 μm 、3 μm 、2 μm 或甚至1 μm 的中值纤维直径(使用下文所述的测试方法进行测定)。

[0085] 在某些此类示例性实施方案中,非织造纤维结构表现出约0.5%至约12%;约1%

至约11%；约1.5%至约10%；约2%至约9%；约2.5%至约7.5，或甚至约3%至约5%的密实度。

[0086] 在其他此类示例性实施方案中，该非织造纤维结构表现出40克每平方米(gsm)至约1,000gsm；约100gsm至约900gsm；约150gsm至约800gsm；约175gsm至约700gsm；约200gsm至约600gsm，或甚至约250gsm至约500gsm的基重。

[0087] 在进一步的此类示例性实施方案中，如使用下文所公开的测试方法测量，该非织造纤维结构表现出大于1kPa，大于2kPa，大于3kPa，大于4kPa，大于5kPa或甚至大于7.5kPa；并且通常小于15kPa、14kPa、13kPa、12kPa、11kPa或10kPa的压缩强度。

[0088] 在附加的此类示例性实施方案中，非织造纤维结构表现出如使用下文所公开的测试方法测量的大于10牛顿，大于15牛顿，大于20牛顿，大于25牛顿或甚至大于30牛顿；并且一般小于100牛顿，90牛顿，80牛顿，70牛顿，60牛顿或50牛顿的最大负荷拉伸强度。

[0089] 熔喷纤维组分

[0090] 熔喷纤维包括聚(苯硫醚)，并且可任选地包括附加材料，诸如至少一种热塑性半结晶(共)聚合物，或至少一种热塑性半结晶聚酯(共)聚合物和至少一种其他(共)聚合物的共混物，以形成(共)聚合物共混物。

[0091] 聚(苯硫醚)

[0092] 本公开的熔喷非织造纤维包含足量的聚(苯硫醚)，使得非织造纤维结构呈现出通过一个或多个选自UL 94 V0、FAR 25.853(a)、FAR25.856(a)、AITM20007A和AITM 3-0005的测试的耐火性，其中无任何添加的阻燃添加剂(不是PPS)。

[0093] 一般来讲，熔喷纤维中包括的PPS的量越大，所得非织造纤维结构的耐火性就越大。包括在熔喷纤维中PPS的量将在一定程度上取决于在非织造纤维结构包括的其他组分，以及在熔喷非织造纤维中包括的其他组分。

[0094] 如果非织造纤维结构仅包括熔喷纤维，则熔喷纤维中PPS的量基于所述熔喷纤维的重量，可在低至30重量%、40重量%、50重量%、60重量%、70重量%、80重量%或甚至90重量%变化。熔喷纤维中PPS的最大量基于所述熔喷纤维的重量，可为100重量%、90重量%、80重量%、70重量%、60重量%或甚至50重量%。

[0095] 如果非织造纤维结构除了熔喷纤维以外还包括非PPS短纤维，则PPS通常应构成大量的熔喷纤维。在这种情况下，基于所述熔喷纤维的重量，熔喷纤维中PPS的大量可在低至50重量%、60重量%、70重量%、80重量%或甚至90重量%变化。熔喷纤维中PPS的最大量可为100重量%、90重量%、80重量%、70重量%或甚至60重量%。

[0096] 非织造纤维结构呈现出通过一个或多个选自UL 94V0、FAR25.853(a)、FAR 25.856(a)、AITM20007A和AITM 3-0005的测试的耐火性，而无任何添加阻燃添加剂(不是PPS)。

[0097] UL 94V0为对于机动车材料的耐火性标准，并且要求在从非织造纤维结构的竖直测试样本移除火焰后十秒内燃烧停止。

[0098] FAR 25.853为航空航天标准，用于通过评估测试材料在火灾暴露条件下的自熄灭性能来测试材料的耐火性。在执行FAR 25.853测试方法时，将限定尺寸的测试样品垂直放置并暴露于标准化水平火焰源(煤气喷灯)。对于FAR 25.853(a)，将煤气喷灯应用六十秒。对于FAR25.853(b)，将煤气喷灯应用十二秒。

[0099] FAR 25.853(a)测试悬挂3/4"(约1.9cm)的竖直2"×12"(约5.1cm×30.5cm)标准

测试样品至得自标准化水平火焰源(煤气喷灯)的1/2" (约3.8cm)的火焰中的火焰传播,持续六十秒。通过FAR 25.853 (a)的要求包括:

[0100] (1) 测试样品在不超过15秒内自熄;

[0101] (2) 测试样品的炭化长度为最大8英寸 (20.32cm);和

[0102] (3) 来自测试样品的任何滴落的最大燃烧时间为5秒。

[0103] FAR 25.856为航空航天标准,用于通过评估标准测试样品在高辐射温度和火灾暴露条件下的自熄灭性能来测试材料的耐火性。FAR25.856的最严格的要素为FAR 25.856 (a)下的辐射板测试(RPT),其要求标准测试样品暴露于极高的辐射温度和标准化的火焰源,同时保持在竖直位置。

[0104] 为了在FAR 25.856 (a)下通过辐射板测试,测试样品必须显示从测试样品上的火焰接触点小于2英寸(约5.1cm)的火焰传播,以及小于三秒的续焰时间(即,在移除火焰源之后的自熄灭时间)。

[0105] AITM20007A和AITM 3-0005为对于飞机绝缘材料当暴露于火源时的烟雾产生和烟雾毒性的工业标准测试方法,如自由开松式客车工业公司ABD 0031(自由开松式客车工业公司(Airbus Industries,Ltd.))所指定的,并且可在<https://www.govmark.com/services/Aerospace-Rail-And-Transportation/airbus-test-list>上查阅。

[0106] 平板或粒料形式的PPS树脂在商业上由多个制造商生产。PPS聚合物以线性或交联(非线性)的形式获得。PPS聚合物的线性形式通常优选地用于熔喷纤维,这是由于其较低的熔融粘度和降低的粘弹性。

[0107] 适宜的可商购获得的PPS树脂包括,例如,以商品名DIC.PPS™获得的树脂(线性和交联类型的PPS,得自DIC国际(USA)有限公司(DIC International(USA) LLC),新泽西州帕西帕尼)、**DURAFIDE®**(线性类型PPS,得自宝理塑料株式会社(Polyplastics Co., Ltd.),日本东京)、**ECOTRAN®**和**INITZ®**(得自舒尔曼工程塑料有限公司(A.Schulman, Co.),俄亥俄州亚克朗)、**FORTRON®**(线性类型,得自塞拉尼斯公司(Celanese Corporation),得克萨斯州欧文)、**PETCOAL®**(得自东曹株式会社(Tosoh, Inc.),日本东京)、**RYTON®**(线性和交联类型的PPS,得自苏威特种聚合物有限公司(Solvay Specialty Polymers, Inc.),比利时布鲁塞尔)、**TEDUR®**(线性类型PPS,得自阿尔比斯塑料公司(Albis Plastics Co.),得克萨斯州舒格兰)和**TORELINA™**(线性类型PPS,购自东丽株式会社(Toray Industries, Inc.),日本东京)。

[0108] 任选的热塑性半结晶(共)聚合物

[0109] 在其他示例性实施方案中,根据上述实施方案中任一项所述的非织造纤维结构包含纤维,该纤维包含聚(苯硫醚)和任选至少一种热塑性半结晶(共)聚合物,或至少一种热塑性半结晶聚酯(共)聚合物和至少一种其他(共)聚合物的共混物以形成(共)聚合物的共混物。

[0110] 在示例性实施方案中,至少一种热塑性半结晶(共)聚合物包含脂族聚酯(共)聚合物、芳族聚酯(共)聚合物或它们的组合物。在某些示例性实施方案中,该热塑性半结晶(共)聚合物包括聚对苯二甲酸乙二酯、聚对苯二甲酸丁二酯、聚萘二甲酸乙二酯、聚(乳酸)、聚

羟基丁酸酯、聚对苯二甲酸丙二酯或它们的组合物。

[0111] 一般来讲,任何可形成的半结晶纤维的(共)聚合物材料均可用于制备本公开的纤维和纤维网。热塑性(共)聚合物材料可包含聚酯聚合物和至少一种其他聚合物的共混物以形成两种或更多种聚合物相的聚合物共混物。聚酯聚合物可理想的为脂族聚酯、芳族聚酯,或脂族聚酯和芳族聚酯的组合物。

[0112] 优选地,该热塑性半结晶(共)聚合物选自聚对苯二甲酸乙二酯、聚对苯二甲酸丁二酯、聚萘二甲酸乙二酯、聚(乳酸)、聚羟基丁酸酯、聚对苯二甲酸丙二酯、聚碳酸酯、聚酰亚胺(PEI)或它们的组合物。

[0113] 更优选地,该热塑性半结晶(共)聚合物为一种或多种热塑性、半结晶聚酯(共)聚合物。适宜的热塑性半结晶聚酯(共)聚合物包括聚对苯二甲酸乙二酯(PET)、聚(乳酸)(PLA)、聚萘二甲酸乙二酯(PEN)以及它们的组合物。这里所列的具体聚合物仅为示例,且可使用多种其他(共)聚合物材料或成纤材料。

[0114] 热塑性聚酯(共)聚合物可形成任选的热塑性(共)聚合物材料的主要部分或相。当该热塑性聚酯(共)聚合物形成热塑性(共)聚合物材料的相当大部分时,热塑性(共)聚合物材料可更容易地熔喷并且所得纤维表现出有利的机械性能和热特性。例如,至少约50重量%、60重量%、70重量%、80重量%、90重量%或甚至100重量%的聚酯(共)聚合物含量可形成热塑性(共)聚合物材料的主要聚合物部分或相。

[0115] 可接受的机械性能或特性可包括例如抗拉强度、初始模量、厚度等。该纤维可视为表现出可接受的热特性,例如在由纤维制备的非织造纤维网在加热至约150℃的温度下约4小时后表现出小于约30百分比、25百分比、20百分比或15百分比,并且一般小于或等于约10百分比或5百分比的线性收缩时。

[0116] 在一些此类实施方案中,该热塑性半结晶(共)聚合物的量为至少1重量%、2.5重量%、5重量%、10重量%、15重量%或甚至20重量%;并且至多30重量%、25重量%、20重量%、15重量%、10重量%或甚至5重量%,基于所述多根熔喷纤维的总重量。

[0117] 纤维也可以由材料的共混物形成,包括其中已添加某些添加剂(诸如颜料或染料)的材料。可以使用双组分纤维,例如皮芯型双组分纤维或并列型双组分纤维(“双组分”在本发明中包括具有两种或多种组分的纤维,其中每种组分占据纤维横截面的独立部分并且在整个纤维长度上延伸)。

[0118] 然而,本公开使用单组分纤维是最有利的,其具有许多益处(如制造及组成的复杂性较低;“单组分”纤维在其整个横截面上具有基本上相同的组成;单组分包括共混物或含添加剂的材料,其中均匀组成的连续相延伸整个横截面以及整个纤维长度),并且可以便利地粘结并通过应用本公开的各种实施方案赋予额外的粘结能力和/或成形能力。

[0119] 在本公开的一些示例性实施方案中,不同的形成纤维的材料可以通过挤出头的不同喷丝孔挤出,以便制备包括纤维的混合物的纤维网。在另外的示例性实施方案中,其他材料,例如,短纤维和/或微粒物质在纤维被收集之前或当纤维被收集时,被引入到根据本公开的方法制备的熔喷纤维流中以便制备共混的纤维网。

[0120] 例如,其他短纤维可以在美国专利号4,118,531中提出的方式共混;或微粒物质可被引入并以在美国专利号3,971,373中提出的方式被捕集在纤维网内;或如在美国专利号4,813,948中提出的微纤维网可被共混到纤维网中。另选地,可以将由本公开制备的纤维引

入到其他纤维料流中以制备纤维的共混物。

[0121] 最通常制备具有基本上圆形横截面的纤维,但是也可以采用其他横截面形状。一般来讲,使用本公开的方法制备的具有基本上圆形的横截面的纤维可以在直径上相差很大。可以获得微纤维尺寸(直径约10微米或更小)并且提供多种益处;但是也可以制备具有较大直径的纤维并且可用于某些应用;通常纤维具有20微米或更小的直径。商业所需纤维的直径小于或等于约9微米、8微米、7微米、6微米或甚至5微米或更小。甚至商业所需纤维的直径为4微米、3微米、2微米或1微米或更小。

[0122] 热塑性非结晶(共)聚合物

[0123] 在某些示例性实施方案中,所述多根熔喷纤维还包含至少一种热塑性非结晶(共)聚合物。在一些示例性实施方案中,基于所述多根熔喷纤维的总重量,该多根熔喷纤维以大于1重量%、2重量%、3重量%、4重量%或甚至5重量%的量包括至少一种热塑性非结晶(共)聚合物。在某些此类示例性实施方案中,该多根熔喷纤维以至少1重量%、2重量%、3重量%、4重量%、5重量%、7.5重量%或甚至10重量%;并且至多15重量%、14重量%、13重量%、12重量%、11重量%或甚至10重量%的量包括至少一种热塑性非结晶(共)聚合物,基于所述多根熔喷纤维的总重量计。

[0124] 任选的非织造纤维结构(纤维网)组分

[0125] 在另外的示例性实施方案中,本公开的非织造熔喷纤维结构还可包含一种或多种任选的组分。任选的组分可单独使用或以适用于非织造熔喷纤维结构的最终应用的任何组合使用。这些非限制性的当前优选的任选组分包括任选的短纤维组分、任选的驻极体纤维组分以及任选的微粒组分,如下文进一步所述。

[0126] 任选的短纤维组分

[0127] 在一些示例性实施方案中,非织造纤维网可另外包含短纤维。一般来讲,短纤维用作填充纤维,以例如降低熔喷非织造纤维网的成本或改善其特性。

[0128] 优选地,该多根短纤维包含聚(苯硫醚)短纤维、非热稳定的聚(对苯二甲酸乙二醇酯)短纤维、热稳定的聚(对苯二甲酸乙二醇酯)短纤维、聚(萘二甲酸乙二醇酯)短纤维、氧化的聚(丙烯腈)短纤维、芳族聚芳酰胺短纤维、玻璃短纤维、陶瓷短纤维、金属短纤维、碳短纤维或它们的组合物。

[0129] 如果被包括,用于形成非织造纤维网的离散的非熔喷填充纤维的尺寸和量将取决于非织造纤维网100的所需特性(即蓬松度、开放度、柔软度、悬垂性)和化学活性微粒的所需装填。一般来讲,纤维直径越大,纤维长度越大,并且在纤维中存在褶皱将导致更开放和蓬松的非织造制品。一般来讲,小和较短的纤维将导致更紧凑的非织造制品。

[0130] 该短纤维可具有事实上任何横截面形状,但具有基本上圆形横截面形状的短纤维是典型的。一般来讲,短纤维具有20微米或更小的直径。该短纤维可包括微纤维(约10微米或更小的直径)或亚微米纤维(1微米或更小的直径);然而,也可以制备具有较大直径的短纤维并且可用于某些应用。

[0131] 在一些示例性实施方案中,该多根短纤维表现出小于或等于约20微米、15微米、10微米、9微米、8微米、7微米、6微米、5微米、4微米、3微米、2或甚至1微米或更小的中值纤维中值直径。在一些此类示例性实施方案中,该多根短纤维表现出至少0.5微米、1.0微米、2.0微米、3.0微米、4.0微米、5.0微米、7.5微米或甚至10微米的中值纤维直径。

[0132] 在另外的示例性实施方案中,该多根短纤维构成至少0重量%、1重量%、5重量%、10重量%、15重量%、20重量%或甚至25重量%的所述非织造纤维结构的重量。在一些此类实施方案中,该多根短纤维构成不超过99重量%、90重量%、80重量%、70重量%、60重量%、50重量%、40重量%、30重量%、20重量%、10重量%、或甚至5重量%的所述非织造纤维结构的重量。

[0133] 适宜的芳族聚芳酰胺短纤维的非限制性示例包括以商品名 **NOMEX[®]** 由杜邦TM集团 (DuPontTM Corp) (特拉华州威明顿) 和 **NOMEX-META[®]** 由纤维线TM公司 (Fiber-LineTM Corp.) (宾夕法尼亚州哈特菲德尔) 市售的那些。

[0134] 适宜的玻璃短纤维的非限制性示例包括以商品名 **DECOFIL[®]** 由维特克斯TM圣戈班集团 (VetrotexTM Saint-Gobain Corp.) (德国亚琛) 和 **VITRON[®]** 由约翰斯曼维尔公司 (Johns Manville, Corp.) (德国沃特海姆) 市售的那些。

[0135] 适宜的陶瓷纤维的非限制性示例包括任何金属氧化物、金属碳化物或金属氮化物,包括但不限于二氧化硅、氧化铝、氧化锆、碳化硅、碳化钨、氮化硅等等。

[0136] 适宜的金属纤维的非限制性示例包括由任何金属或金属合金 (例如铁、钛、钨、铂、铜、镍、钴等) 制成的那些。

[0137] 合适的碳纤维的非限制性示例包括石墨纤维、活性炭纤维、聚(丙烯腈)-衍生的碳纤维,等等。

[0138] 在一些示例性的实施方案中,天然短纤维也可用于非织造纤维结构。适宜的天然短纤维的非限制性示例包括竹子、棉花、羊毛、黄麻、龙舌兰、剑麻、椰子、大豆、大麻等等的短纤维。使用的天然纤维组分可为天然纤维或循环废弃纤维,例如,从衣物切割、毛毯制造、纤维制造、纺织物加工等等再生的循环纤维。优选地,该天然短纤维用阻燃剂处理以改善它们的耐火性。

[0139] 在某些示例性的实施方案中,该短纤维为非熔喷短纤维。适宜的非熔喷短纤维的非限制性示例包括单组分合成纤维、半合成纤维、聚合物纤维、金属纤维、碳纤维、陶瓷纤维和天然纤维。合成和/或半合成聚合物纤维包括由聚酯(如聚对苯二甲酸乙二醇酯)、尼龙(如己二酰己二胺、聚己内酰胺)、聚丙烯、丙烯酸(由丙烯腈的聚合物形成)、人造丝、醋酸纤维素、聚偏二氯乙烯-氯乙烯共聚物、氯乙烯-丙烯腈共聚物等制成的那些。

[0140] 任选的驻极体纤维组分

[0141] 本公开的非织造熔喷纤维网可任选地包括驻极体纤维。适宜的驻极体纤维描述于美国专利号4,215,682;5,641,555;5,643,507;5,658,640;5,658,641;6,420,024;6,645,618;6,849,329;和7,691,168,所述专利的全部公开内容以引用的方式并入本文。

[0142] 合适的驻极体纤维可通过如下方式制得:在电场中熔喷纤维,例如通过熔融合适的电介质材料(如含有极性分子的聚合物或蜡),将熔融的材料通过熔喷模具以形成离散纤维,然后在将所述离散纤维暴露于强的静电场的同时使熔融的聚合物再凝固。驻极体纤维也可通过如下方式制得:如使用电子束、电晕放电、电子注射、在整个间隙或电介质阻挡上电击穿,等等,将过量的电荷嵌入高绝缘电介质材料(如聚合物或蜡)中。特别合适的驻极体纤维为水充电纤维。

[0143] 任选的微粒组分

[0144] 在另外的示例性实施方案中,非织造纤维结构还包含多个微粒。该多个微粒可包括有机微粒和/或无机微粒。在一些示例性的实施方案中,该多个微粒基本上由无机微粒组成。在某些此类实施方案中,该多个微粒包含阻燃微粒、膨胀微粒或它们的组合物。

[0145] 一般来讲,该多个微粒可以至少1重量%、2.5重量%、5重量%、10重量%、15重量%、20重量%或甚至25重量%;并且不大于50重量%、45重量%、40重量%、35重量%或甚至30重量%的量存在,基于所述非织造纤维结构的重量。

[0146] 优选地,该非织造纤维结构不含卤化阻燃添加剂,包括卤化阻燃微粒。包括在卤化阻燃添加剂范围内的为卤素取代的苯,以四溴苯、六氯苯、六溴苯举例说明;联苯,诸如2,2'-二氯联苯、2,4'-二溴联苯、2,4'-二氯联苯、六溴联苯、八溴联苯、十溴联苯;包含2至10个卤素原子的卤代二苯醚;含氯芳族聚碳酸酯,以及前述任一项的混合物。

[0147] 任选地,该非织造纤维结构也可包含一种或多种非卤化阻燃剂,包括非卤化阻燃微粒。可用的阻燃微粒包含非卤化有机化合物、含有有机磷的化合物(诸如有机磷酸酯)、无机化合物和固有的阻燃聚合物,诸如例如PPS。

[0148] 这些微粒添加剂可以足以致使原本易燃聚合物阻燃的量添加至或掺入到熔喷非织造纤维结构的聚合物基质中,所述阻燃如由熔喷非织造纤维结构通过一种或多种选自UL 94 V0、FAR 25.853(a)、FAR25.856(a)、AITM20007A和AITM 3-0005测试所确定的。

[0149] 非卤化阻燃微粒的实质不是决定性的,并且可使用单一类型的微粒。任选地,可发现期望使用两种或更多种单独的非卤化阻燃微粒的混合物。

[0150] 在有用的有机磷微粒中,是包含有机磷化合物、磷-氮化合物和卤代有机磷化合物的那些。通常有机磷化合物通过形成保护性液体或焦炭间隔用作阻燃剂,其使最少的聚合物降解产品流逸到火焰,和/或用作使热传递最小化的绝热间隔。

[0151] 一般来讲,优选的磷酸酯化合物选自有机膦酸、膦酸酯、次膦酸酯、亚膦酸酯、单氧亚膦酯、氧化膦、膦、亚磷酸酯或磷酸酯。示例的为三苯基膦氧化物。这些可单独使用,或与六溴苯或氯化联苯以及任选的氧化锑混合使用。含磷的阻燃添加剂描述于例如Kirk-Othmer(上述)第976-98页。

[0152] 适宜的磷酸酯的典型示例包括苯基双十二烷基磷酸酯、苯基双新戊基磷酸酯、苯乙烯基磷酸氢酯、苯基双-3,5,5'-三甲基己基磷酸酯、乙基二苯基磷酸酯、2-乙基己基二(对甲苯基)磷酸酯、二苯基磷酸氢酯、双(2-乙基己基)对甲苯基磷酸酯、三甲苯基磷酸酯、双(2-乙基己基)苯基磷酸酯、三(壬基苯基)磷酸酯、苯基甲基磷酸氢酯、二(十二烷基)对甲苯基磷酸酯、三甲苯基磷酸酯、三苯基磷酸酯、卤代三苯基磷酸酯、二丁基苯基磷酸酯、2-氯乙基二苯基磷酸酯、对甲苯基双(2,5,5'-三甲基己基)磷酸酯、2-乙基己基二苯基磷酸酯、二苯基磷酸氢酯等等。三苯基磷酸酯是尤其可用的阻燃添加剂,通常与六溴苯和任选的氧化锑结合使用。

[0153] 还适用作阻燃微粒的是包含磷-氮键的化合物的那些,诸如磷酸酰胺、磷酸酰胺、膦酸酰胺或次膦酸酰胺。

[0154] 在可用的无机阻燃微粒中,包括包含锑化合物的那些,诸如包括三氧化锑、五氧化锑和锑酸钠;硼,诸如偏硼酸钡、硼酸、硼酸钠和硼酸锌;铝,诸如三水合铝;镁,诸如氢氧化镁;钼,诸如氧化钼、钼酸铵和钼酸锌,磷,诸如磷酸;和锡,诸如锡酸锌。作用模式通常是变化的,并且可包括惰性气体稀释(通过例如释放水)和热淬灭(通过添加剂的吸热降解)。可

用的无机添加剂描述于例如Kirk-Othmer(上述)第936-54页。

[0155] 该阻燃微粒也可由一种或多种固有阻燃(共)聚合物组成。固有阻燃(共)聚合物,由于其化学结构,要么不能支持燃烧,要么自我熄灭。这些聚合物在较高温度下通常通过在聚合物的主链中掺入更强的键(诸如芳环或无机键)或高度卤化而具有增加的稳定性。

[0156] 固有阻燃聚合物的示例包括例如聚(苯硫醚)、聚(氯乙烯)、聚(偏二氯乙烯)、氯化聚乙烯、聚酰亚胺、聚苯并咪唑、聚醚酮、聚磷腈和聚碳酸酯。可用的固有阻燃膜一般具有如通过ASTM D-2863-91测定的至少28%的限氧指数(LOI)。

[0157] 阻燃微粒的微粒尺寸(中值直径)通常应小于掺入到其中的熔喷纤维的直径。优选地,该微粒尺寸小于它们掺入到的熔喷纤维直径的二分之一,更优选地小于三分之一,甚至更优选地小于四分之一,甚至更优选地小于五分之一,并且最优选地小于十分之一。一般来讲,阻燃微粒的中值直径越小,或微粒呈现的表面积越大,阻燃特性就越有效。

[0158] 通过在熔喷纤维形成之前将微粒加入到聚合物熔体中,通常将阻燃微粒掺入熔喷纤维中。微粒可纯添加,或掺入到稀释剂或附加的(共)聚合物中。

[0159] 当使用固有阻燃聚合物作为阻燃微粒时,如果相容的话,其可熔融共混。另选地,固有的阻燃聚合物可作为分散在聚合物熔体中的细小微粒添加。应谨慎选择在聚合物熔融温度下稳定的添加剂。

[0160] 任选地,非织造纤维结构可附加地或作为另外一种选择包括膨胀微粒,其可被掺入到熔喷纤维中。可用于根据本公开制造非织造纤维结构的膨胀微粒包括但不限于,可膨胀蛭石、经处理的可膨胀蛭石、部分脱水的可膨胀蛭石、可膨胀珍珠岩、可膨胀石墨、可膨胀水合碱金属硅酸盐(例如,可膨胀的微粒状硅酸钠,例如,美国专利号4,273,879所述一般类型,并且例如,可以商品名“EXPANTROL”得自3M公司(3M Company)(明尼苏达州圣保罗市)),以及它们的混合物。

[0161] 一个特定的市售膨胀微粒的示例是以商品名GRAFGUARD Grade160-50从UCAR碳公司(UCAR Carbon Co.)(俄亥俄州克利夫兰)商购的可膨胀石墨片。

[0162] 在各种实施方案中,基于所述非织造纤维结构的总重量,膨胀微粒可以零重量%,至少约1重量%,至少约5重量%,至少约10重量%,至少约20重量%,或至少约30重量%存在。在另一个实施方案中,基于所述非织造纤维结构的总重量,膨胀微粒可以最多约40重量%,最多约30重量%,或最多约25重量%,最多约20重量%存在。

[0163] 膨胀微粒可以与任何合适的无机纤维结合使用,包括,例如,陶瓷纤维、生物可溶性纤维、玻璃纤维、矿棉、玄武岩纤维等。

[0164] 任选地,非织造纤维结构也可包括吸热微粒。适宜的吸热微粒可包括,例如,包含能够在例如介于200℃与400℃之间的温度下释出水(例如,水合作用)的化合物的任何无机微粒。因此,适宜的吸热微粒可以包括诸如氧化铝三水合物、氢氧化镁等的材料。

[0165] 可单独使用特定类型的吸热微粒;或者可组合使用至少两种或更多种不同类型的吸热微粒。在各种实施方案中,基于熔喷非织造纤维结构的总重量,吸热微粒可以零重量%,至少约2重量%,至少约5重量%,至少约10重量%,至少约20重量%或至少约30重量%存在。吸热微粒可以与任何合适的无机纤维结合使用,包括,例如,陶瓷纤维、生物可溶性纤维、玻璃纤维、矿棉、玄武岩纤维等,且还可与任何适宜的膨胀微粒结合使用。

[0166] 在另外的示例性实施方案中,该微粒包含一种或多种无机绝缘微粒。适宜的绝缘

微粒可包括,例如,当存在于非织造纤维结构中时,能够提高网的绝热性质,例如,而不以不可接受方式增大非织造纤维结构的重量或密度的任何无机化合物。包括相对较高孔隙度的无机粒状微粒可以尤其适用于这些目的。

[0167] 适宜的绝缘微粒可包括诸如热解法二氧化硅、沉淀二氧化硅、硅藻土、漂白土、膨胀珍珠岩、硅酸盐粘土和其他粘土、硅胶、玻璃泡、陶瓷微球、滑石粉等材料。

[0168] 本领域的普通技术人员将认识到,绝缘微粒与例如某些吸热或膨胀微粒之间可能没有明确的分界线)。可单独使用特定类型的绝缘微粒;或者可组合使用至少两种或更多种不同类型的绝缘微粒。

[0169] 在多个实施方案中,基于熔喷非织造纤维结构的总重量,绝缘微粒可以零重量%,至少约5重量%,至少约10重量%,至少约20重量%,至少约40重量%或至少约60重量%存在。

[0170] 绝缘微粒可以与任何合适的无机纤维结合使用,包括,例如,陶瓷纤维、生物可溶性纤维、玻璃纤维、矿棉、玄武岩纤维等,且还可与任何合适的膨胀微粒和/或吸热微粒结合使用。

[0171] 根据本公开的示例性非织造纤维结构还可有利地包括多个化学活性微粒。所述化学活性微粒可为任何离散的微粒,其在室温下是固体,并且其可经历与外部液相的化学相互作用。示例性化学相互作用包括吸附、吸收、化学反应、化学反应的催化作用、溶解等等。

[0172] 另外,在上述示例性实施方案的任一实施方案中,所述化学活性微粒可有利地选自:吸着剂微粒(例如,吸附剂微粒、吸收剂微粒等等)、干燥剂微粒(例如,包括吸湿物质的微粒,所述吸湿物质诸如例如氯化钙、硫酸钙等,它们导致或保持其附近区域的干燥状态)、杀生物剂微粒、微胶囊以及它们的组合物。在上述实施方案的任一实施方案中,化学活性微粒可选自:活性炭微粒、活性氧化铝微粒、硅胶微粒、阴离子交换树脂微粒、阳离子交换树脂微粒、分子筛微粒、硅藻土微粒、抗微生物化合物微粒、金属微粒以及它们的组合物。

[0173] 在特别适用作流体过滤制品的非织造纤维网的一个示例性实施方案中,化学活性微粒为吸着剂微粒。可采用多种吸着剂微粒。吸着剂微粒包括矿物微粒、合成微粒、天然吸着剂微粒或它们的组合物。有利地,吸着剂微粒将能够吸收或吸附预期在拟定使用条件下存在的气体、气溶胶或液体。

[0174] 所述吸着剂微粒可为任何可用的形式,包括珠、薄片、微粒剂或团聚物。优选的吸着剂微粒包括活性炭;硅胶;活性氧化铝和其它金属氧化物;可通过吸附或化学反应从流体中去除组分的金属微粒(例如,银微粒);粒状催化剂,例如,霍加拉特(其可以催化一氧化碳的氧化);粘土和经酸性溶液(诸如乙酸)或碱性溶液(诸如氢氧化钠水溶液)处理的其他矿物;离子交换树脂;分子筛和其他沸石;杀生物剂;杀真菌剂和杀病毒剂。活性炭和活性氧化铝是目前尤其优选的吸着剂微粒。也可采用吸着剂微粒的混合物(如用以吸收气体混合物),但在实践中,对于处理气体混合物来说,制造在各个层中采用单独的吸着剂微粒的多层薄片制品可能较好。

[0175] 在尤其可用作气体过滤制品的非织造纤维网的一个示例性实施方案中,将化学活性吸着剂微粒选择为气体吸附剂或吸收剂微粒。例如,气体吸附剂微粒可包括活性炭、木炭、沸石、分子筛、酸性气体吸附剂、砷还原材料、碘化树脂等等。例如,吸收剂微粒还可包括天然多孔微粒物质(诸如硅藻土、粘土)或合成微粒泡沫(诸如三聚氰胺、橡胶、氨基甲酸酯、

聚酯、聚乙烯、硅树脂和纤维素。吸收剂微粒也可包括超级吸收剂微粒,诸如聚丙烯酸钠、羧甲基纤维素或微粒状的聚乙烯醇。

[0176] 在尤其可用作液体过滤制品的非织造纤维网的某些示例性实施方案中,吸着剂微粒包括活性炭、硅藻土、离子交换树脂(例如阴离子交换树脂、阳离子交换树脂或它们的组合物)、分子筛、金属离子交换吸着剂、活性氧化铝、抗微生物化合物或它们的组合物。某些示例性实施方案提供吸着剂微粒密度在约0.20至约0.5g/cc范围内的纤维网。

[0177] 可使用多种尺寸和量的吸着剂化学活性微粒来形成非织造纤维网。在一个示例性实施方案中,吸着剂微粒的直径的中值尺寸大于1mm。在另一示例性实施方案中,吸着剂微粒的直径的中值尺寸小于1cm。在另外的实施方案中,可使用微粒尺寸的组合物。在一个另外的示例性实施方案中,吸着剂微粒包括大微粒和小微粒的混合物。

[0178] 所需的吸着剂微粒尺寸可能变化很大,且通常部分地根据拟定使用条件来选择吸附剂粒度。作为一般性的指导,尤其可用于流体过滤应用的吸着剂微粒的尺寸可变化,其中值直径为约0.001 μm 至约3000 μm 。一般来讲,吸着剂微粒的中值直径为约0.01 μm 至约1500 μm 、更一般地为约0.02 μm 至约750 μm 、并且最一般地为约0.05 μm 至约300 μm 。

[0179] 在某些示例性实施方案中,吸着剂微粒可以包含群体中值直径小于1 μm 的纳米微粒。多孔纳米微粒可以具有如下优点,即,提供用于从流体介质吸附(例如,吸收和/或吸附)污染物的大表面积。在使用超细或纳米微粒的此类示例性实施方案中,可能优选地,微粒利用粘合剂(例如,热熔粘合剂)和/或将热施加到熔喷非织造纤维网(即,热粘合)而粘合性地粘合到纤维。

[0180] 也可以采用由具有不同尺寸范围的吸着剂微粒形成的混合物(如双峰式混合物),但在实际中,制备在上游层采用较大的吸着剂微粒而在下游层采用较小的吸着剂微粒的多层薄片制品可以更好。将至少80重量%的吸着剂微粒、更一般地至少84重量%以及最一般地至少90重量%的吸着剂微粒嵌入纤维网中。从纤维网基重方面进行表达,吸着剂微粒装填量可例如为:至少约500gsm的相对细小(例如亚微米尺寸)的吸着剂微粒,以及至少约2000gsm的相对粗大(如微米尺寸)的吸着剂微粒。

[0181] 在一些示例性实施方案中,化学活性微粒是金属微粒。可使用金属微粒来形成抛光非织造纤维网。金属微粒可为短纤维或带状节段的形式或可为谷物状微粒的形式。金属微粒可包括任何类型的金属,诸如但不限于银(其具有抗菌/抗微生物特性)、铜(其具有除藻特性)或化学活性金属中的一种或多种的共混物。

[0182] 在其他示例性实施方案中,化学活性微粒是固体杀生物剂或抗微生物剂。固体杀生物剂和抗微生物剂的示例包括含卤素化合物,诸如二氯异氰脲酸钠二水合物、苯扎氯铵、卤化二烷基乙内酰脲和三氯生。

[0183] 在另外的示例性实施方案中,化学活性微粒是微胶囊。在美国专利号3,516,941(Matson)中描述了一些适宜的微胶囊,并包括可用作化学活性微粒的微胶囊的示例。所述微胶囊可填充有固体或液体杀生物剂或抗微生物剂。微胶囊的主要品质之一为:使用机械应力,可压碎微粒,以便释放其中容纳的物质。因此,在非织造纤维网的使用过程中,微胶囊将由于施加在非织造纤维网上的压力被打碎,这将释放容纳在微胶囊中的物质。

[0184] 在某些此类示例性实施方案中,可能有利的是,使用至少一个微粒,其具有可以制成具有粘合性或“粘性的”表面,以将微粒结合在一起来形成用于纤维组分的网片或支承非

织造纤维网。就这一点而言,可用的微粒可以包括聚合物,例如,热塑性聚合物,其可以是短纤维的形式。合适的聚合物包括聚烯烃,特别是热塑性弹性体(TPE)(例如,从美国德克萨斯州休斯顿的埃克森美孚化学公司(Exxon-Mobil Chemical Company, Houston, Texas)商购获得的VISTAMAXX™)。在另外的示例性实施方案中,可以优选的是包括TPE的微粒,特别是作为表层或表面涂层的微粒,因为TPE's一般有点发粘,其可以帮助将微粒粘合在一起,以在添加纤维之前形成三维网络,从而形成非织造纤维网。在某些示例性实施方案中,包括VISTAMAXX™TPE的微粒可以提供对苛刻化学环境、特别是在低pH(例如,不超过约3的pH)和高pH(例如,至少约9的pH)下以及有机溶剂中的改良抗性。

[0185] 可选择具有任何合适的尺寸或形状的微粒物质。适合的微粒可以具有各种物理形式(如,固体微粒、多孔微粒、中空泡、凝聚物、短纤维、人造短纤维、薄片等);形状(如,球形、椭圆形、多边形、针状等);形状均匀性(如,单分散、基本均匀、非均匀或不规则等);组成(如无机微粒、有机微粒或它们的组合物);以及尺寸(如,亚微米尺寸、微尺寸等)。

[0186] 特别参照微粒尺寸,在一些示例性实施方案中,可能需要控制微粒群体的尺寸。在某些示例性实施方案中,微粒通常在物理上被夹带或陷入在非织造纤维网中。在此类实施方案中,微粒的群体一般地选择为具有至少50 μm 、更一般地至少75 μm 、还更一般地至少100 μm 的中值直径。

[0187] 在其他示例性实施方案中,可优选地使用较细的微粒,其利用粘合剂例如热熔粘合剂、和/或将热施加到热塑性微粒或热塑性纤维之一或二者上(即,热粘合)而粘合性地粘合到纤维。在此类实施方案中,一般优选的是,微粒具有至少25 μm 、更一般地至少30 μm 、最一般地至少40 μm 的中值粒径。在一些示例性实施方案中,化学活性微粒的直径的中值尺寸为1cm。在其他实施方案中,化学活性微粒的中值尺寸小于1mm,更一般地小于25微米,甚至更一般地小于10微米。

[0188] 然而,在粘合剂和热粘合均用于将微粒粘附到纤维的其他示例性实施方案中,微粒可以包括亚微米尺寸微粒的群组,其具有小于1微米(μm)、更一般地小于约0.9 μm 、甚至更一般地小于约0.5 μm 、最一般地小于约0.25 μm 的群体中值直径。在需要高表面积和/或高吸收性和/或吸附性能力的应用中,这种亚微米尺寸微粒可能特别有用。在另外的示例性实施方案中,该组亚微米尺寸微粒的群体中值直径为至少0.001 μm 、更一般地为至少约0.01 μm 、最一般地为至少约0.1 μm 、最一般地为至少约0.2 μm 。

[0189] 在另外的示例性实施方案中,该微粒包括一组微尺寸的微粒,所述一组微尺寸的微粒的群体中值直径为至多约2000 μm 、更一般地为至多约1000 μm 、最一般地为至多约500 μm 。在其他示例性实施方案中,该微粒包括一组微尺寸的微粒,所述一组微尺寸的微粒的群体中值直径为至多约10 μm 、更一般地为至多约5 μm 、甚至更一般地为至多约2 μm (例如,超细微纤维)。

[0190] 在单个成品纤维网内,也可以使用多种类型的微粒。通过使用多种类型的微粒,即使微粒类型中的一种不与相同类型的其他微粒粘结,也可以生成连续的微粒纤维网。这种类型系统的示例将会是这样一种系统,在该系统中,使用两种类型的微粒,一种类型的微粒将微粒(如不连续聚合物纤维微粒)粘合在一起,另一种类型的微粒起到用于网的所需用途的活性微粒(如吸着剂微粒(例如活性炭))的作用。此类示例性实施方案可以特别用于流体过滤应用。

[0191] 例如,根据化学活性微粒的密度、化学活性微粒的尺寸和/或最终非织造纤维网制品的所需属性,可相对于纤维网的总重量使用多种不同装填的化学活性微粒。在一个实施方案中,化学活性微粒占总非织造制品重量的少于90重量%。在一个实施方案中,化学活性微粒占总非织造制品重量的至少10重量%。

[0192] 在上述实施方案的任一实施方案中,化学活性微粒可有利地遍及非织造纤维网的整个厚度分布。然而,在以上实施方案的一些实施方案中,化学活性微粒优先地基本分布在非织造纤维网的主表面上。

[0193] 此外,应当理解,一个或多个上述化学活性微粒的任意组合可用于形成根据本公开的非织造纤维网。

[0194] 非织造纤维制品

[0195] 非织造熔喷纤维结构可使用上述材料和下列熔喷设备和方法进行制备。在一些示例性实施方案中,非织造熔喷纤维结构采用垫、纤维网、片材、稀纱布或它们的组合物的形式。

[0196] 在一些特定的示例性实施方案中,熔喷非织造纤维结构或纤维网可以有利地包括带电熔喷纤维,例如驻极体纤维。在某些示例性实施方案中,熔喷非织造纤维结构或纤维网为多孔的。在一些另外的示例性实施方案中,熔喷非织造纤维结构或纤维网可有利地为自支承的。在另外的示例性实施方案中,熔喷非织造纤维结构或网可有利地被折叠以例如形成过滤介质,如液体(如水)或气体(如空气)过滤器、供热通风或空气调节(HVAC)过滤器或用于个人防护的口罩。例如,美国专利6,740,137公开了用于可塌缩的褶皱型滤芯中的非织造纤维网。

[0197] 本公开的纤维网本身可以用于例如过滤介质、装饰织物或保护器材或覆盖器材。或者它们可以与其他纤维网或结构物联合使用,例如作为用于在所述纤维网上沉积或层合的其他纤维层的支撑物,或存在于多层过滤介质中,或作为可以在其表面浇注膜的基质。它们可以在制备后进行加工,如通过使它们通过光滑的压光辊来形成光滑表面纤维网或通过成形设备来使它们形成三维形状。

[0198] 本公开的纤维结构还可包含至少一种或多种其他类型的纤维(未示出),诸如,例如短纤维或其他不连续纤维、熔纺连续纤维或其组合物。本发明的示例性纤维结构可形成例如非织造纤维网,非织造纤维网可围绕管或其他芯卷绕以形成辊,并且可保存用于后续加工或直接地转移至另一加工步骤。在纤维网被制造或此后某个时间之后,纤维网还可被直接地切割成单独的片材或垫。

[0199] 熔喷非织造纤维结构或纤维网可用于制备任何合适的制品,诸如,隔热制品、隔音制品、流体过滤制品、擦拭物、手术用消毒帷帘、伤口敷料、服装、口罩或它们的组合物。隔热或隔音制品可用作交通工具(例如火车、飞机、汽车和轮船)的隔离部件。其他制品,诸如例如被褥、遮挡、帐篷、隔离制品、绝缘制品、液体和气体滤网、擦拭物、服装、服装构件、个人防护设备、呼吸面罩等,也可使用本公开所述的熔喷非织造纤维结构来制备。

[0200] 非织造纤维结构的厚度可有利地选择为至少0.5cm、1cm、1.5cm、2cm、2.5cm或3cm;并且最多10.5cm、10cm、9.5cm、9cm、8.5cm、8cm或甚至7.5cm。

[0201] 柔性、悬垂和紧凑的非织造纤维网对于某些应用可以是优选的,例如作为熔炉过滤器或气体过滤呼吸器。此类非织造纤维网的密度通常大于75kg/m³,并且通常大于100kg/

m³或甚至120 100kg/m³。然而,适合用于某些流体过滤应用中的开放、蓬松的非织造纤维网通常具有60kg/m³的最大密度。根据本公开的某些非织造纤维网的密实度可有利地小于20%,更一般地小于15%,甚至更优选地小于10%。

[0202] 在其他优势中,熔喷纤维和熔喷非织造纤维结构(如纤维网)即使被加热至高温或在高温下使用也是耐火的且尺寸稳定的。因此,在示例性实施方案中,本公开提供了使用上述设备和方法中的任一种所制备的耐火的且尺寸稳定的非织造纤维结构。

[0203] 在一些具体示例性实施方案中,该非织造纤维生成和自由开松式热处理方法提供了纤维和包含纤维的非织造纤维网,其在较高温度的应用中不易发生收缩和降解,例如在汽车、火车、飞机、轮船或其他交通工具中提供隔音效果。

[0204] 另外,使用本文所公开的测试方法进行测量,本公开的示例性非织造纤维网可表现出大于1千帕(kPa)、大于1.2kPa、大于1.3kPa、大于1.4kPa或甚至大于1.5kPa的压缩强度。此外,如使用本文所公开的测试方法测量,本公开的示例性非织造纤维网可表现出大于10牛顿(N)、大于50N、大于100N、大于200N或甚至大于300N的最大负荷拉伸强度。

[0205] 熔喷装置

[0206] 在另外的示例性实施方案中,本公开提供了一种设备,该设备包括熔喷模具,用于在低于从熔喷模具喷出的熔喷纤维的熔融温度的温度下对熔喷纤维进行受控的自由开松式热处理的装置,以及用于收集经自由开松式热处理的熔喷纤维的收集器。

[0207] 现在参见图1A,其示出了作为直接纤维网生产方法和设备的用于实施本公开的实施方案的示例性设备15的总体侧视图,其中将形成纤维的(共)聚合物材料在一个基本上直接的操作中转化成纤维网。该设备15由例如在van Wente的“超细热塑性纤维”,《工业工程化学》,第48卷,第1342页起之各页(1956年)中(“Superfine Thermoplastic Fibers”, Industrial Engineering Chemistry, Vol.48, pages 1342 et seq (1956)),或在1954年5月25日公布的van Wente, A., Boone, C.D.和Fluharty, E.L.的题为“超细有机纤维的制造”(“Manufacture of Superfine Organic Fibers”)的海军研究实验室(Naval Research Laboratories)报告号4364中提出的常规吹塑微纤维(BMF)生产构型组成。该构型由具有用于粒料或粉末化的(共)聚合物树脂的料斗11的挤出机10和加热挤出机筒以熔融(共)聚合物树脂以形成熔融(共)聚合物的一系列加热夹套12组成。熔融(共)聚合物从挤出机料筒挤出后进入泵14,该过程允许通过设备的下游部件改善对熔融(共)聚合物流的控制。

[0208] 任选地,熔融(共)聚合物在流出泵14后流入任选的混合装置15中,该混合装置包括输送管16,其包含例如诸如KENIX型静态混合器18的混合装置。在熔融(共)聚合物穿过输送管16时,一系列加热套20控制熔融(共)聚合物的温度。混合装置15还任选地包括靠近输送管入口端的进料口22,其连接至任选的高压计量泵24,能够在熔融(共)聚合物流进入静态混合器18时将任选的添加剂注入其中。

[0209] 在熔融(共)聚合物流流出任选的输送管16后,其通过包含熔融(共)聚合物流通过其传送的至少一个喷丝孔的熔喷(BMF)模具26输送,同时用高速热空气流撞击该(共)聚合物流,高速热空气料流用于拉长和拉细熔融(共)聚合物流以形成微纤维。

[0210] 现在参见图1B,其示出了作为直接纤维网生产方法和设备的用于实施本公开的实施方案的另一示例性设备15'的总体侧视图,其中将形成纤维的熔融(共)聚合物材料在一个基本上直接操作中转化成纤维网。设备15'包括常规的熔喷微纤维(BMF)生产构型,如上

所述例如van Wente所教导。该构型由具有用于粒状或粉末(共)聚合物树脂的料斗11的挤出机10组成,其加热(共)聚合物树脂以形成(共)聚合物树脂的熔融流。(共)聚合物树脂的熔融流进入包括至少一个熔融(共)聚合物的流33穿过的孔11的熔喷(BMF)模具26中,同时冲击离开的(共)聚合物物流33,高速热空气流通过将气体由气体供应歧管25穿过气体入口15形成,在气体喷射23和23'处从模具26中离开,这作用是将熔融(共)聚合物物流抽出并衰减成微纤维。气体喷射的速度可通过例如调节气流的压力和/或流速和/或通过控制气体入口尺寸27(即,间隙)来控制。

[0211] 在图1a或图1b中所示的设备或方法中,在熔融(共)聚合物纤维从熔喷模具15或熔喷模具15'的至少一个孔11中出来后,立即使该熔融(共)聚合物纤维流经受控的自由开松式热处理处理,该受控的自由开松式热处理使用装置32和/或装置32',在低于构成纤维的聚(苯硫醚)的熔融温度的温度下进行。在一些示例性实施方案中,用于对从熔喷模具喷出的熔喷纤维进行受控的自由开松式热处理的装置32和/或装置32'选自辐射加热器、自然对流加热器、强制气流对流加热器以及它们的组合物。

[0212] 在一些示例性实施方案中,用于对从熔喷模具喷出的熔喷纤维进行受控的自由开松式热处理的装置是一种或多种强制气流对流加热器32和/或32',被定位为在熔喷纤维流从熔喷模具26出来后立即直接或间接地(例如,使用夹带的环境空气)撞击该熔喷纤维流,如图1b所示。在某些示例性实施方案中,用于在熔喷纤维流从熔喷模具26中出来后立即对进行受控的自由开松式热处理的装置为如图1a所示的一种或多种加热器32和/或加热器32'(例如,至少一种红外加热器,例如实施例所述的石英灯红外加热器)。

[0213] 所谓“从熔喷模具中出来后立即”意指对熔喷纤维的受控的自由开松式热处理发生在热处理距离21内,该距离从至少一个喷丝孔11延伸,熔融(共)聚合物的料流33通过该喷丝孔传送。热处理距离21可以短至0mm、0.1mm、0.2mm、0.3mm、0.5mm、0.6mm、0.7mm、0.8mm、0.9mm、或甚至1mm。优选地,热处理距离不超过50mm、40mm、30mm、20mm、10mm、或甚至5mm。优选地,热处理的总距离为0.1mm至50mm、0.2mm至49mm、0.3mm至48mm、0.4mm至47mm、0.4mm至46mm、0.5mm至45mm、0.6mm至44mm、0.7mm至43mm、0.8mm至42mm、0.9mm至41mm、或甚至1mm或更大至40mm或更小。

[0214] 在自由开松式热处理过程中或自由开松式热处理之后,微纤维开始硬化,从而在到达收集器28时形成内聚的纤维网30。该方法特别优选,因为它能够制备可直接形成熔喷非织造纤维网的细直径纤维,而无需使用后续的粘合工艺。

[0215] 熔喷方法

[0216] 在另外的示例性实施方案中,本公开提供了一种方法,所述方法包括:

[0217] a) 通过使包含聚苯硫醚的熔融流穿过熔喷模具的多个孔来形成多根熔喷纤维;

[0218] b) 一旦步骤(a)的熔喷纤维离开多个孔,立即使熔喷纤维的至少一部分经受控的自由开松式热处理操作处理,其中该受控的自由开松式热处理操作是在低于熔喷纤维的一部分的熔融温度的温度下进行,持续足够的时间以使得经受控的自由开松式热处理操作处理的该纤维的该部分内的至少一部分分子实现应力弛豫;和

[0219] c) 在收集器上收集步骤(b)的经受控的自由开松式热处理操作处理的熔喷纤维的部分的至少一些,以形成非织造纤维结构,其中该非织造纤维结构表现出的收缩小于在没有经步骤(b)的受控的自由开松式热处理操作处理的同样制备的结构上所测量到的收缩,

并且进一步地,其中该非织造纤维结构呈现出通过一个或多个选自UL 94 V0、FAR 25.853(a)、FAR 25.856(a)、AITM20007A和AITM 3-0005的测试的耐火性,其中无任何添加的阻燃添加剂。在一些示例性的实施方案中,多根熔喷纤维不以有效实现成核的量包含成核剂。

[0220] 在熔喷方法中,将聚(苯硫醚)和任何任选的热塑性(共)聚合物熔化以形成熔融(共)聚合物材料,该材料然后通过熔喷模具的一个或多个孔挤出。在一些示例性实施方案中,熔喷方法可包括使熔融(共)聚合物材料形成(例如,挤出成)至少一种或多种纤维预成型件,其然后传送穿过熔喷模具的至少一个喷丝孔,并使该至少一种纤维硬化(例如,通过冷却)成至少一种纤维。在制备预成型件且该预成型件穿过熔喷模具的至少一个孔时,熔融(共)聚合物材料通常仍处于熔融状态。

[0221] 在前述方法的任一种方法中,应在热足以使热塑性(共)聚合物材料能够进行熔喷但该热不会造成该热塑性(共)聚合物材料的不可接受的变质的温度范围内执行熔喷。例如,熔喷可在致使聚(苯硫醚)和任何任选的热塑性(共)聚合物材料达到至少约200℃、225℃、250℃、260℃、270℃、280℃或甚至至少290℃;至小于或等于约360℃、350℃、340℃、330℃、320℃、310℃或甚至300℃的范围内的温度的温度下执行。

[0222] 受控的自由开松式热处理方法

[0223] 受控的自由开松式热处理操作可使用辐射加热、自然对流加热、强制气流对流加热或它们的组合进行。可使用例如红外或卤素灯加热系统实现合适的辐射加热。适宜的红外(例如,石英灯)辐射加热系统可得自研究公司(Research, Inc.),明尼苏达州伊登普雷利;红外加热技术有限责任公司(Infrared Heating Technologies, LLC),田纳西州橡树岭;和罗伯茨戈登有限责任公司(Roberts-Gordon, LLC),纽约州布法罗。适宜的强制气流对流加热系统可得自罗伯茨戈登有限责任公司(Roberts-Gordon, LLC),纽约州布法罗;应用热系统公司(Applied Thermal Systems, Inc.),田纳西州查特努家市;以及得自科模热思精密加热与控制(Chromalox Precision Heat and Control),宾夕法尼亚州匹兹堡。

[0224] 一般来讲,在至少约50℃、70℃、80℃、90℃、100℃;至最多约340℃、330℃、320℃、310℃、300℃、275℃、250℃、225℃、200℃、175℃、150℃、125℃或甚至110℃的温度下进行自由开松式热处理。

[0225] 一般来讲,受控的自由开松式热处理操作具有至少约0.001秒、0.005秒、0.01秒、0.05秒、0.1秒、0.5秒或甚至0.75秒;至不超过约1.5秒、1.4秒、1.3秒、1.2秒、1.1秒、1.0秒、0.9秒或甚至0.8秒的持续时间。

[0226] 如上所述,进行自由开松式热处理的优选温度将至少部分地取决于构成纤维的聚(苯硫醚)和任何任选的热塑性(共)聚合物的热特性。

[0227] 在一些示例性实施方案中,(共)聚合物任选地包括选自脂族聚酯(共)聚合物、芳族聚酯(共)聚合物或它们的组合物的至少一种半结晶(共)聚合物。在某些示例性实施方案中,半结晶(共)聚合物包括聚对苯二甲酸乙二酯、聚对苯二甲酸丁二酯、聚萘二甲酸乙二酯、聚(乳酸)、聚羟基丁酸酯、聚对苯二甲酸丙二酯或它们的组合物。在某些示例性实施方案中,至少一种热塑性半结晶(共)聚合物包括聚酯(共)聚合物与用于形成聚合物共混物的至少一种其他(共)聚合物的共混物。

[0228] 在前述任一项的实施方案中,受控的自由开松式热处理操作通常使熔喷纤维经受高于聚(苯硫醚)的玻璃化转变温度的温度。在一些示例性实施方案中,受控的自由开松式

热处理操作防止包含纤维的(共)聚合物冷却到低于其相应的玻璃化转变温度并持续足以使(共)聚合物分子发生至少某种程度的应力弛豫的时间。

[0229] 不希望受任何特定理论的约束,当前据信当使用自由开松式热处理方法在半结晶(共)聚合物纤维从模具孔喷出熔喷模具后立即对其处理,熔喷纤维内的(共)聚合物分子在喷出模具孔后将立即发生应力弛豫,但是仍处于熔融或半熔融状态。从而,对熔喷纤维进行形态学完善以相比于不经自由开松式热处理的相同熔喷纤维产生新的属性和效用。

[0230] 如本文所用的最广泛的术语中“应力弛豫”意指单纯地改变取向的半结晶(共)聚合物纤维的形态;但我们理解本公开中经自由开松式热处理的纤维中的一种或多种(共)聚合物的分子结构(我们不希望受到本文所述的“理解”束缚,其一般涉及一些理论考虑因素)。

[0231] 如通过在本公开所述的自由开松式热处理实现的纤维中(共)聚合物链的取向以及纤维内半结晶的热塑性(共)聚合物分子的应力弛豫可通过操作参数的选择被影响,诸如所用的(共)聚合物材料的实质,由空气刀引入的用于使聚物流离开孔成为原纤维的气流温度,熔喷纤维的温度和自由开松式热处理的持续时间,纤维流速度,和/或与收集器表面首先接触的点的纤维的固化的程度,

[0232] 当前,我们相信通过根据本公开所述的自由开松式热处理所实现的应力弛豫可用于减少晶核或“晶种”的数量和/或增加其尺寸,该晶核或“晶种”用于引起构成非织造纤维的(共)聚合物材料晶化。经典的成核理论,诸如F.L.Binsbergen的理论(“聚合物结晶中的自然和人工非均质成核”,《高分子科学杂志:聚合物专题论文集》,第59卷,第1期,第11-29页(1977年)(“Natural and Artificial Heterogeneous Nucleation in Polymer Crystallization, Journal of Polymer Science: Polymer Symposia, Volume 59, Issue 1, pages 11-29 (1977)”),教导多种纤维成型过程参数例如温度随时间的变化/热处理、淬火冷却、机械作用、或超声、声音或电离辐射处理通常导致半结晶材料如PET形成纤维,该纤维中的晶体成核在玻璃化转变与开始冷结晶之间的区域内得到增强。此类采用常规方法制备的纤维材料被加热到甚至高于构成该纤维的(共)聚合物材料的玻璃化转变温度10℃时即“表现出大量的成核作用”。

[0233] 相比之下,使用本公开的自由开松式热处理方法制得的纤维网材料被加热到高于玻璃化转变温度时,通常表现出冷结晶起始延缓或结晶程度降低。还经常观察到,经自由开松式热处理的纤维被加热到高于其玻璃化转变温度时所表现出的冷结晶起始延缓或结晶程度降低有助于减小包含此类经自由开松式热处理的纤维的非织造纤维网的热致收缩。

[0234] 因此,在该自由开松式热处理方法的一些示例性实施方案中,纤维在喷出熔喷模具孔后立即在相当高的温度下保持较短的(但受控)时间,同时仍处于自由开松式。一般来讲,在自由开松式使纤维经受高于构成该纤维的(共)聚合材料的玻璃化转变温度的温度,并且在一些实施方案中,与制成纤维的(共)聚合物材料的标称熔点一样高或更高,并且持续足以实现构成纤维的(共)聚合物分子的至少一定程度的应力弛豫的时间。

[0235] 另外,在某些示例性实施方案中,据信该自由开松式热处理方法影响结晶较慢的材料如PET和PLA的结晶行为和平均晶粒尺寸,从而改变包含这些材料的非织造纤维网在被加热到这些材料的玻璃化转变温度工艺以上时的收缩行为。据信此类原位微调 and 减少形成经自由开松式热处理的纤维的(共)聚合物材料内的聚合物成核位点密度能够通过(共)聚

合物链中的物理(热)或化学变化(如,交联)除去该(共)聚合物中尺寸较小的“晶种”来减小聚合物成核总数,从而获得热稳定性更高的纤维网,其表现出更小的热收缩。

[0236] 这一改善的低收缩行为据信至少部分是由于在后续热暴露或加工过程中延缓了结晶过程,可能是由于存在于(共)聚合物中的晶核或“晶种”结构的含量降低而生成更强的(共)聚合物链-链排列,其破坏了分子顺序。据信,晶核或“晶种”的数量的原位减少或尺寸的增大导致了所制备的非织造纤维网具有相对较低的结晶度,而在较高的温度下具有更强的尺寸稳定性,特别是被加热到构成该纤维的(共)聚合物材料的玻璃化转变温度(T_g)的情况下,并且特别是在被加热到构成该纤维的(共)聚合物材料的冷结晶温度(T_{cc})或更高的情况下。

[0237] 任选的方法步骤

[0238] 通过前述方法制备的从熔喷模具的一个或多个孔喷出的杂乱的熔融(共)聚合物料流可轻松结合成离散非熔喷纤维或微粒,这些离散非熔喷纤维或微粒在熔喷纤维的自由开松式热处理之中或之后被进料到纤维料流中。

[0239] 因此,在一些示例性实施方案中,该方法还包括在自由开松式热处理操作之前、期间或之后向熔喷纤维中加入多个微粒。在另外的示例性实施方案中,该方法除此之外或另选地包括在自由开松式热处理操作期间或之后向熔喷纤维中加入多根非熔喷纤维。

[0240] 具体地,任选的微粒和/或非熔喷纤维可以有利地在自由开松式热处理期间加入,或作为熔喷非织造纤维网在收集期间加入,如美国专利号4,100,324中所公开的。这些加入的非熔喷纤维或微粒能够缠结到纤维基体中,而无需另外的粘结剂或粘结处理。这些加入的非熔喷纤维或微粒能够结合到熔喷非织造纤维网中,为熔喷非织造纤维网增加额外的特性,例如,蓬松度、研磨性、柔软性、防静电特性、流体吸附特性、流体吸收特性等等。

[0241] 常规用于纤维成形工艺的附加物的各种工艺可以在纤维从熔喷模具的一个或多个喷丝孔出来时与其结合使用。此类工艺包括喷洒抛光剂、粘合剂或其他材料到纤维上,施加静电荷到纤维上,施加水雾到纤维上,等等。另外,可以在收集的纤维网中添加多种材料,包括键合剂、粘接剂、涂饰剂以及其他纤维网或膜。例如,在收集之前,挤出的纤维或长丝可经历未在图1中示出的多个附加处理步骤,如,进一步拉延、喷涂等等。

[0242] 在一些具体实施方案中,熔喷纤维可优选地采用静电充电。因此,在某些示例性实施方案中,熔喷纤维可经历驻极体充电处理。一种示例性驻极体充电处理方法为水充电。纤维的水充电可使用多种技术进行,包括将极性流体撞击、浸泡或冷凝至纤维上,随后干燥,以使得纤维变得带电。描述水充电的代表性的专利包括美国专利号5,496,507;5,908,598;6,375,886B1;6,406,657B1;No.6,454,986和No.6,743,464B1。优选地,使用水作为极性水充电液体,使用由任何合适的喷雾装置提供的液体射流或液滴流将介质优选暴露于极性水充电液体。

[0243] 可用于水力缠结纤维的设备通常可用于进行水充电,但在水充电中进行操作的压力比在水力缠结中通常使用的压力低。美国专利No.5,496,507描述了一种示例性装置,其中在压力下使水射流或水滴流撞击到网形式的纤维上,所述压力足以提供具有增强过滤的驻极体电荷的随后干燥的介质。

[0244] 获得最佳效果所必需的压力可根据如下因素变化:所用的喷雾器的类型、用于形成纤维的聚合物的类型、网的厚度和密度、以及在水充电之前是否进行了诸如电晕放电的

预处理。通常,在约69kPa至约3450kPa范围内的压力是合适的。优选地,用于提供水滴的水是相对纯的。蒸馏水或去离子水优于自来水。

[0245] 除了水充电之外或替代水充电,可采用其他充电技术对驻极体纤维进行充电,包括静电充电(例如,如在美国专利No.4,215,682、No.5,401,446和No.6,119,691中所述)、摩擦充电(例如,如在美国专利No.4,798,850中所述)或等离子氟化(例如,如在美国专利No.6,397,458B1中所述)。进行电晕充电然后进行水充电、以及进行等离子氟化然后进行水充电是特别合适的以组合方式使用的充电技术。

[0246] 在收集后,聚集的物质30除此之外或另选地可旋拧到存储卷筒中以根据需要进行后续加工。一般来讲,一旦收集到收集的熔喷非织造纤维网30,它将可以被运送到其他设备,诸如压延机、压印工位、层压机、切割机等;或者可使其穿过主动辊并卷绕成储存卷。

[0247] 其他可使用的流体包括喷洒到纤维上的水,例如,用于加热纤维的加热的水或蒸汽,以及用于骤冷纤维的相对较冷的水。

[0248] 以下示例性实施例中进一步说明了本公开的多个实施方案中的某些实施方案。一些示例被标识为比较例,因为它们不显示某些特性(诸如尺寸稳定性,例如低收缩、增大的压缩强度、增大的拉伸强度、耐火性等);然而,比较例可用于其他目的,并且建立示例的新颖且不明显的特性。

[0249] 实施例

[0250] 以下实施例仅是为了进行示例性的说明,并非旨在过度限制所附权利要求书的范围。尽管示出本公开的广义范围的数值范围和参数为近似值,但尽可能精确地记录具体示例中示出的数值。然而,任何数值都固有地包含某些误差,在它们各自的测试测量中所存在的标准偏差必然会引起这种误差。最低程度上说,并且在不试图将等同原则的应用限制到权利要求书的范围内的前提下,至少应当根据所报告的数值的有效数位并通过应用惯常的四舍五入法来解释每个数值参数。

[0251] 除非另外指明,否则在实施例和本说明书的其余部分中的所有份数、百分数、比率等等均基于重量计提供。除非另有说明,否则所用的溶剂和其它试剂可得自威斯康星州密尔沃基的西格玛奥德里奇化学公司(Sigma-Aldrich Chemical Company (Milwaukee,WI))。

[0252] 测试方法:

[0253] 使用以下测试方法对实施例的非织造熔喷纤维网进行表征。

[0254] 中值纤维直径

[0255] 实施例的非织造纤维网中的熔喷纤维的中值纤维直径使用电子显微镜(EM)进行测量。

[0256] 密实度

[0257] 密实度通过将非织造纤维网的所测量的堆密度除以构成纤维网的固体部分的材料的密度来确定。纤维网的堆密度可通过首先测量纤维网的重量(例如,10cm×10cm的节段)来确定。将所测量的纤维网重量除以纤维网面积,得到纤维网的基重,以g/m²为单位报告。纤维网的厚度可通过获得(例如,通过冲模切割)135mm直径的纤维网盘并在纤维网顶部居中放置100mm直径的230g重物的情况下测量纤维网厚度而测得。纤维网的堆密度通过将纤维网的基重除以纤维网的厚度来确定,以g/m³为单位报告。

[0258] 然后密实度通过将非织造纤维网的堆密度除以包括纤维网的固体纤维的材料(例

如, (共) 聚合物) 的密度来确定。如果供应商没有指定材料的密度, 则可以通过标准方法来测量本体 (共) 聚合物的密度。密实度是通常以百分比来报告的无量纲比率。

[0259] 蓬松度

[0260] 蓬松度报告为100%减去密实度 (例如, 7%的密实度相当于93%的蓬松度)。

[0261] 收缩测量

[0262] 每个纤维网样品的熔喷纤维网的收缩性质利用三个10cm×10cm试件在纵向 (MD) 和横向 (CD) 两个方向上被计算出。每个试件的尺寸在将它们放置于飞世尔科技恒温炉 (Fisher Scientific Isotemp Oven) 中80℃下60分钟、150℃下60分钟和150℃下7天之前和之后被测量。每个试件在MD和CN上的收缩通过下述公式进行计算:

$$[0263] \quad \text{收缩} = \left(\frac{L_0 - L}{L_0} \right) \times 100\%$$

[0264] 其中 L_0 为初始试件长度并且 L 为最终试件长度。计算收缩的平均值并报告在下表中。

[0265] 压缩强度

[0266] 纤维网的压缩强度根据以下工序进行测量。从纤维网上切下直径为120mm的圆形试样。使用常规的INSTRON拉伸试验机测试样品, 该试验机使用直径150mm的压缩板和25mm/min的夹头速度。砧座起始高度被设置为略高于样品厚度。测试循环序列如下。在0.002psi (13.79Pa) 下测量样品的厚度。继续压缩直至样品相对于初始厚度达到50%的压缩率。

[0267] 50%压缩下的压缩强度被记录为磅每平方英寸, 并被转换为千帕 (kPa)。然后使压缩板返回初始砧座起始高度。然后暂停压缩30秒, 并将该循环重复9次, 每个样品总共执行10次循环。

[0268] 对每个纤维网样品进行三次平行测定。对三次平行测定结果取平均值, 并使用所有10次循环的平均值计算压缩强度 (kPa)。

[0269] 最大负荷拉伸强度

[0270] 纤维网的最大负荷拉伸强度根据ASTM D 5034-2008进行测量, 使用300mm/min的夹头速度和150mm的抓取距离。每个试样的最大负荷以牛顿 (N) 为单位进行记录。对每个纤维网样品进行五次平行测定, 对结果取平均值以获得最大负荷拉伸强度。

[0271] 示例1: 形成100重量%的具有PPP短纤维的PPS熔喷纤维

[0272] 大致如在图1A中所示的熔喷装置被用于制备非织造纤维结构。设置20英寸 (50.8cm) 宽的常规膜原纤化构型的熔喷模具, 由在320℃温度下操作的常规类型的熔融挤出机驱动。模头具有直径为每个0.015 (0.38mm) 的孔。

[0273] 将以CELANESE **FORTRON**® 0203商购自塞拉尼斯公司 (Celanese Corporation) (得克萨斯州欧文) 的粒料形式的聚 (苯硫醚) (PPS) 料斗进料至熔融挤出机中。通过熔融挤出机施加177psi (1.22MPa) 的挤出压力以产生20磅/小时 (约9.08kg/小时) 的熔融挤出速率。

[0274] 使用加热至600°F (315℃) 并且一旦离开模具立即引导到挤出纤维上的空气进行自由开松式热处理, 如描述于公布的美国专利申请号2016/0298266A1中的。将经热处理的纤维引向转筒收集器, 并且在介于加热的空气口和转筒收集器之间, 将卷曲PPS短纤维分配

到熔喷纤维中。卷曲短纤维直径为大约20微米,长38mm,可从纤维创新技术有限公司 (Fiber Innovation Technology, Inc.) (田纳西州约翰逊市) 商购获得。

[0275] 分配足够的短纤维以便构成按重量计最终织物的50%。转筒收集器的表面速度为6英尺/分钟(1.83m/min),使得所收集织物的基重为250g/m²,并且将熔喷织物从转筒收集器中取出,并在卷绕架上围绕芯缠绕。

[0276] 使该熔喷织物经受三个标准化的耐火性测试,即UL 94V0、FAR25.853(a)和FAR 25.856(a)。材料能够通过这些测试。

[0277] 实施例1的样品也被送往独立的烟雾产生和烟雾毒性认证公司(草本咖喱公司(Herb Curry Inc.)),印地安那州弗农山庄)。烟雾生成测试遵循Airbus®标准测试方法AITM20007A。烟雾毒性测试遵循Airbus®标准测试方法AITM 3-0005,第2期。表1汇总了得自这些测试的结果。烟雾产生和烟雾毒性两者比最大允许值小2个数量级。因此,实施例1的非织造纤维结构满足或超过用于商业飞机绝缘制品中所需的烟雾产生和烟雾毒性规格。

[0278] 表1:对于实施例1的烟雾和毒性测试结果

[0279] 遵循Airbus®标准AITM20007A(烟雾)和AITM 3-0005,第2期(毒性)

[0280]

测试参数	标准下允许的最大水平	测试水平 (对于3次测量的平均值)
4分钟后的烟雾密度	200	5
HCN (ppm)	150	<1
CO (ppm)	1000	19
SO ₂ (ppm)	100	8
NO/NO ₂ (ppm)	100	2
HF (ppm)	100	2
HCl (ppm)	150	2.5

[0281] 实施例2至9

[0282] 执行与实施例1类似的其他实施例,具有如表2中所示的存在的变型。

[0283] 表2:基于耐火性非织造纤维网的PPS实施例

[0284]

实施例	熔喷树脂	任选的短纤维	短纤维的重量百分比 (重量%)	基重 (g/m ²)	平均熔喷 纤维直径 (μm)	耐火性测试通过
2	FORTRON PPS 0203	N/A	0	120	4.6	UL94 V0 FAR 25.853(a) FAR 25.856(a)
3	FORTRON PPS 0203	PPS 短纤维	20%	500	5	UL94 V0 FAR 25.853(a) FAR 25.856(a)
4	FORTRON PPS 0203	PPS 短纤维	35%	250	3.1	UL94 V0 FAR 25.853(a) FAR 25.856(a)
5	FORTRON PPS 0203	PPS 短纤维	50%	500	3.1	UL94 V0 FAR 25.853(a) FAR 25.856(a)
6	FORTRON PPS 0203	PPS 短纤维	60%	250	4.6	UL94 V0 FAR 25.853(a) FAR 25.856(a)
7	FORTRON PPS 0203	50 重量% PPS 短纤维+ 50 重量%氧化的 PAN 纤维	50%	500	4.6	UL94 V0 FAR 25.853(a) FAR 25.856(a)
8	FORTRON PPS 0203	30 重量% PPS 短纤维+ 70 重量%氧化的 PAN 纤维	65%	500	4.6	UL94 V0 FAR 25.853(a) FAR 25.856(a)
9	N/A	针刺 PPS 熔喷短纤维	100%	500	4.6	c FAR 25.853(a)

[0285] 实施例10-用混合PPS和PET熔喷纤维形成织物

[0286] 设置20英寸(50.8cm)宽的常规钻孔构型的熔喷模具,并且用在320℃温度下操作的常规类型的熔融挤出机供料。聚(苯硫醚)(PPS)树脂粒料(CELANESE FORTRON® 0203)

和聚(对苯二甲酸乙二醇酯)(PET)树脂粒料的共混物被送料至挤出机中。PPS和PET的重量共混比率为4:1。

[0287] 使用加热至600°F (315°C) 并且一旦离开模具立即引导到挤出纤维上的空气进行自由开松式热处理,如描述于美国专利公布号2016/0298266A1中的。将经热处理的纤维引向介于加热的空气口和转筒收集器之间的转筒收集器。转筒收集器的表面速度为12英尺/分钟(3.67m/min),使得所收集织物的基重为120g/m²,并且将熔喷材料从转筒收集器中取出,并使用卷绕架围绕芯缠绕。

[0288] 该所得的熔喷材料经受一次耐火性测试,即UL 94V0。织物材料能够通过UL 94V0耐火性测试。

[0289] 贯穿本说明书提及的“一个实施方案”、“某些实施方案”、“一个或多个实施方案”或“实施方案”,无论在术语“实施方案”前是否包括术语“示例性”,都意指结合本实施方案所述的具体特征、结构、材料或特性包括在本公开当前所述的至少一个实施方案中。因此,贯穿本说明书的多处出现的短语,诸如“在一个或多个实施方案中”、“在某些实施方案中”、“在一个实施方案中”或“在实施方案中”,未必是指本公开当前所述的同一实施方案。此外,特定特征、结构、材料或特性可在一个或多个实施方案中以任何合适的方式组合。

[0290] 虽然本说明书已经详细地描述了某些示例性实施方案,但是应当理解,本领域的技术人员在理解上述内容后,可很容易地想到这些实施方案的更改、变型和等同物。因此,应当理解,本公开不应不当地受限于以上示出的示例性实施方案。此外,本文引用的所有出版物、公开的专利申请和公布的专利均以引用方式全文并入本文,犹如被特别地和单独地指出的各个出版物或专利都以引用方式并入本文。已对各个示例性实施方案进行了描述。这些实施方案以及其它实施方案均在以下权利要求书的范围内。

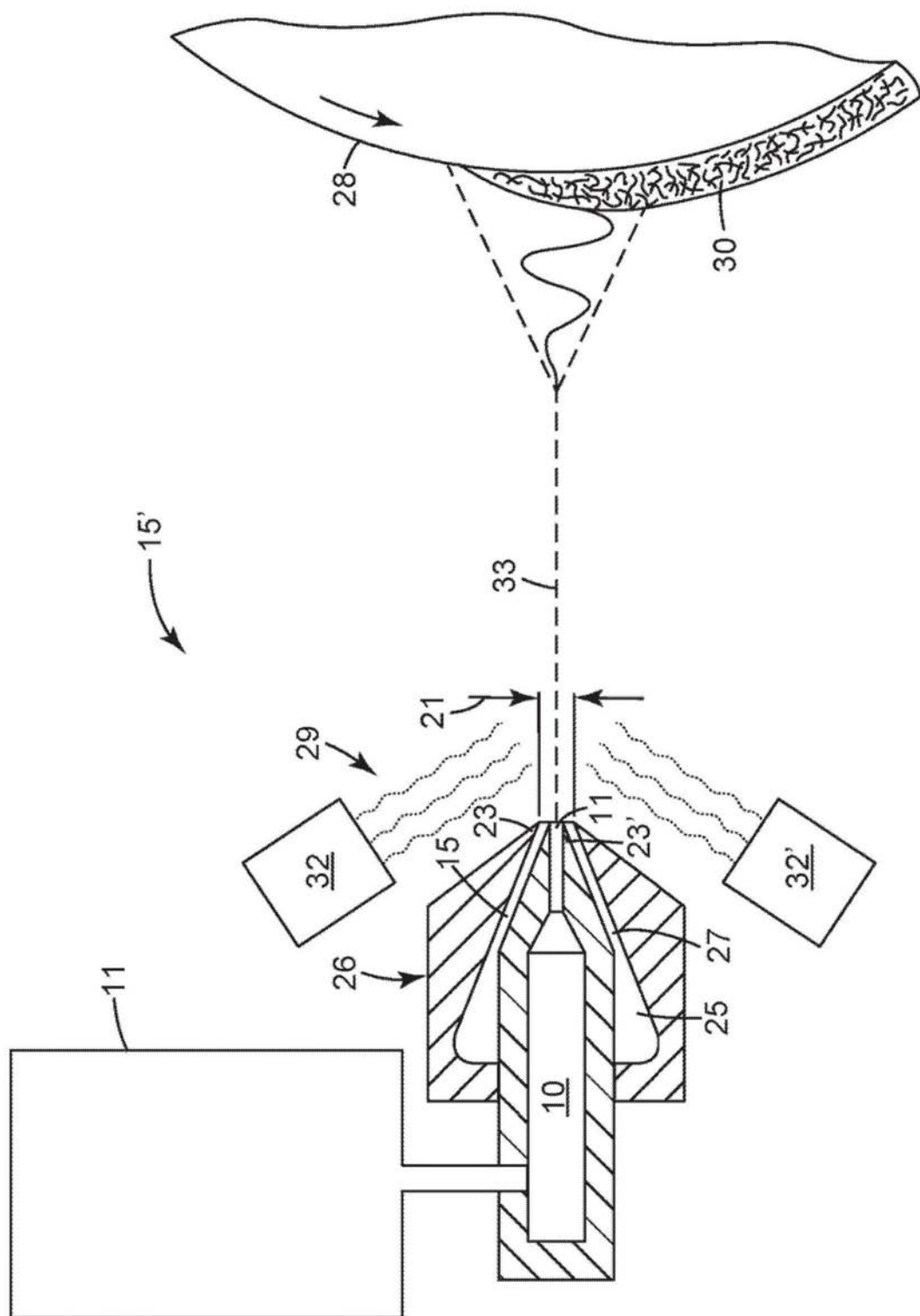


图1B