

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(11) **016907**

(13) **B1**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ

(45) Дата публикации и выдачи патента
2012.08.30

(21) Номер заявки
200701009

(22) Дата подачи заявки
2005.11.01

(51) Int. Cl. *D01D 5/088* (2006.01)
D01D 5/26 (2006.01)
D01F 1/10 (2006.01)
D01F 6/04 (2006.01)
D02G 3/02 (2006.01)
D02J 1/22 (2006.01)

**(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ КОМПЛЕКСНОЙ ПОЛИОЛЕФИНОВОЙ НИТИ
ФОРМОВАНИЕМ ИЗ РАСПЛАВА И ПРЯЖА, ИЗГОТОВЛЕННАЯ ИЗ НЕЁ**

(31) 10/983,153

(32) 2004.11.05

(33) US

(43) 2007.10.26

(86) PCT/US2005/039540

(87) WO 2006/052559 2006.05.18

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:
ИННЕГРИТИ, ЭлЭлСи (US)

(72) Изобретатель:
Морин Брайан Г. (US)

(74) Представитель:
Медведев В.Н. (RU)

(56) US-B2-6759124

(57) Способ получения полиолефиновой комплексной нити (30), включающий подачу полиолефина и зародышеобразующего агента на вход (13) экструдера (12), содержащего смешивающий коллектор (11), посредством которого экструдированные элементарные нити (9) через фильеру (14) в охлаждающую ванну (16); сбор элементарных нитей с помощью вытяжных валиков (18, 20) для образования пучка волокон (28); пропускание пучка волокон (28) через прижимные валики (23, 24, 25, 26) к аппликатору (22) для нанесения отделочного препарата; пропускание пучка волокон (28) через термокамеру (43) и вытяжку с помощью вытяжных валиков (32, 34) для получения комплексной нити (30) и намотку комплексной нити на паковку (40).

016907

B1

016907
B1

Предпосылки к созданию изобретения

Пряжа и волокна, полученные из полиолефинов, могут обладать многими желательными свойствами. Например, они могут обладать хорошими тактильными свойствами, например могут быть приятными на ощупь; они могут быть стойкими к разложению и эрозии; исходные материалы могут быть легкодоступными, а также достаточно недорогими. По существу, элементарные нити, а также комплексные нити изготавливали из различных полиолефинов, например полипропилена. Хотя уже были достигнуты значительные уровни развития в создании элементарных полиолефиновых нитей, обладающих высоким модулем и высокой прочностью на разрыв, способы получения комплексных нитей, обладающих высоким модулем и высокой прочностью на разрыв, из таких же материалов не были столь успешными. По существу, в данной области сохраняется потребность в усовершенствовании таких способов и расширении вариантов выполнения.

Краткое описание изобретения

Один вариант выполнения настоящего изобретения направлен на создание способа получения полиолефиновой комплексной нити. Например, способ может включать получение расплава полимерной композиции, содержащей полиолефин; экструдирование композиции для формования множества элементарных нитей; резкое охлаждение элементарных нитей в ванне с жидкостью; сбор элементарных нитей для формирования пучка волокон; вытяжку пучка волокон с использованием нагрева на стадии вытяжки со степенью вытяжки более приблизительно 6, а в одном варианте выполнения - более приблизительно 10.

Полиолефин может быть любым полиолефином, пригодным для получения комплексной нити. Например, полиолефин может быть сополимером. В одном варианте выполнения полиолефин может быть полипропиленом. В необязательном варианте выполнения комплексную нить можно изготавливать из смеси двух или более полиолефинов. В одном варианте выполнения полиолефин может обладать индексом текучести расплава в пределах от приблизительно 0,2 до приблизительно 50,0.

В одном варианте выполнения полипропилен может содержать зародышеобразующий агент, например зародышеобразующим агентом может быть дибензилиденновый сорбит, как это, в общем, известно в данной области производства. В общем, зародышеобразующий агент может присутствовать в расплаве в количестве, составляющем менее приблизительно 1 мас.% экструдированной композиции, хотя это не является требованием изобретения.

Экструдер может, в общем, быть любым стандартным экструдером с множеством фильерных отверстий. Например, экструдер может содержать множество фильерных отверстий, и каждое фильерное отверстие может иметь максимальный размер в поперечном сечении в пределах приблизительно от 0,001 до приблизительно 0,050 дюйм.

Расплав можно экструдировать с достаточно малой скоростью, например в пределах приблизительно от 1 до приблизительно 25 м/мин в охлаждающую ванну с жидкостью. В необязательном варианте выполнения ванна может быть нагреваемой, например, до температуры в пределах от приблизительно 50 до приблизительно 130°C. В одном варианте выполнения поверхность жидкости охлаждающей ванны может быть расположена очень близко к фильере экструдера, например в пределах расстояния, соответствующего длине участка разбухания элементарной нити на выходе из фильеры. В другом варианте выполнения зона, расположенная непосредственно ниже по потоку от фильеры, может быть защищена газовой завесой из нагретого или не нагретого газа.

Стадию вытяжки при нагреве можно выполнять в термокамере, можно использовать нагреваемые вытяжные валики или использовать любой другой пригодный способ нагрева. В общем, стадию вытяжки при нагреве можно выполнять при температуре в пределах от приблизительно 80 до приблизительно 170°C. Например, термокамера или вытяжные валики могут быть нагреты до желаемой температуры. Стадию вытяжки при нагреве можно также выполнять даже при более высокой температуре, если, например, комплексную нить подвергать воздействию тепла в течение очень короткого промежутка времени.

Для получения описанной комплексной нити можно также использовать и другие способы, например один или большее число из следующих способов: нанесение замасливателя, вторичная вытяжка или термофиксация комплексной нити.

Другой вариант выполнения изобретения направлен на создание комплексной нити, которую можно изготавливать согласно описанным способам. Например, комплексная нить может содержать множество элементарных нитей, тонина каждой из которых может составлять менее приблизительно 300 денье; в одном варианте выполнения тонина каждой из элементарных нитей может составлять в пределах от приблизительно 0,5 до приблизительно 100 денье. Комплексная нить может обладать высоким модулем, например более 40 г/денье. В другом варианте выполнения комплексная нить может обладать модулем, составляющим более 100 г/денье, или в некотором варианте выполнения более 150 г/денье. Комплексная нить может также обладать высокой прочностью на разрыв, например в некотором варианте выполнения более приблизительно 5 г/денье, а в других вариантах выполнения более приблизительно 7 г/денье. Описанные комплексные нити могут также быть достаточно стойкими к растяжению, например комплексная нить может обладать относительным удлинением менее приблизительно 10%.

Авторы также считают, что описанная комплексная нить обладает кристаллической структурой, необычной для комплексной полиолефиновой нити. Например, по меньшей мере одна элементарная нить в комплексной нити может обладать кристаллическостью, превышающей 80%, определенной с применением известной методики широкоугольного рассеяния рентгеновских лучей (WAXS). В одном варианте выполнения по меньшей мере одна из элементарных нитей в комплексной нити может обладать соотношением интенсивности рассеяния в экваториальном направлении и интенсивности рассеяния в меридиональном направлении, составляющим более приблизительно 1,0, при определении с применением известной методики малоугольного рассеяния рентгеновских лучей (SAXS). В другом варианте выполнения соотношение интенсивности экваториального рассеяния и меридионального рассеяния может составлять более приблизительно 3,0.

Один вариант выполнения изобретения направлен на создание вторичных продуктов, которые можно изготавливать и которые могут содержать описанные комплексные нити. Например, описанные комплексные нити можно предпочтительно использовать для получения канатов, тканей и нетканых материалов.

В одном варианте выполнения описанные комплексные нити можно использовать для армирования материалов, например для армирования гидрофильной цементной композиции. Например, комплексную нить, полученную согласно описанным способам, можно штапелировать на отрезки малой длины, обычно менее приблизительно 5 дюймов, для получения армированного материала. В одном варианте выполнения комплексную нить можно штапелировать на отрезки длиной менее приблизительно 3 дюйма. В другом варианте выполнения ее можно штапелировать на отрезки длиной менее приблизительно 1 дюйма. В необязательном варианте выполнения армирующие материалы, помимо штапелирования на отрезки малой длины, могут быть подвергнуты расщеплению и/или деформированию.

Краткое описание чертежей

В остальной части документа представлено для специалиста в данной области полное и более конкретное описание настоящего изобретения, включающее описание наилучших вариантов его выполнения, содержащее ссылки на прилагаемые чертежи, на которых изображено:

на фиг. 1 - один вариант выполнения способа согласно настоящему изобретению;

на фиг. 2 - разбухшая часть одной элементарной нити на выходе из фильерного отверстия, формуемой согласно одному варианту выполнения настоящего изобретения;

на фиг. 3 - картина широкоугольного рассеяния рентгеновских лучей (WAXS) полипропиленовой элементарной нити, извлеченной из комплексной нити, полученной согласно одному варианту выполнения способов, описанных в настоящем изобретении;

на фиг. 4 - картина малоугольного рассеяния рентгеновских лучей (SAXS) полипропиленовой элементарной нити, представленной на фиг. 3.

Повторным использованием номеров позиций в настоящем описании и на чертежах авторы предполагают показать одинаковые или аналогичные особенности или элементы настоящего изобретения.

Подробное описание изобретения

Ниже сделаны более конкретные ссылки на различные варианты выполнения изобретения, один или большее число примеров которого приведено ниже. Каждый вариант выполнения представлен с целью пояснения изобретения, но не ограничения объема изобретения. В действительности, очевидно для специалиста в данной области, что могут быть выполнены различные модификации и варианты выполнения настоящего изобретения без отступления от объема или сущности изобретения. Например, отличительные особенности, проиллюстрированные или описанные как часть одного варианта выполнения, могут быть использованы в другом варианте выполнения для получения еще одного дополнительного варианта выполнения. Таким образом, авторы полагают, что настоящим изобретением охватываются модификации и варианты выполнения, подпадающие под объем притязаний прилагаемой формулы изобретения и ее эквивалентов.

В общем, настоящее изобретение направлено на создание комплексных полиолефиновых нитей и способов, пригодных для получения описанных комплексных полиолефиновых нитей. Предпочтительно описанные способы можно использовать для получения комплексных полиолефиновых нитей, которые могут обладать по меньшей мере одной из характеристик: более высоким модулем или более высокой прочностью на разрыв, в сравнении с ранее известными комплексными полиолефиновыми нитями.

Способы настоящего изобретения, в общем, направлены на создание способов получения комплексной нити формованием из расплава. Более конкретно, способ, используемый для получения описанных комплексных нитей, может включать получение расплава композиции, содержащей полиолефин; экструдирование множества (т.е. по меньшей мере трех) отдельных элементарных нитей из композиции при относительно низкой скорости формования; резкое охлаждение элементарных нитей в жидкости; формирование комплексной нити из множества отдельных элементарных нитей; механическую вытяжку комплексной нити при ее нагреве.

В одном конкретном варианте выполнения полиолефин, используемый для получения описанных комплексных нитей, может быть полипропиленом. Однако это не является требованием настоящего изобретения, и хотя в последующем описании, в общем, рассмотрено применение полипропилена, следует

понимать, что согласно настоящему изобретению можно использовать и другие полиолефины. Например, один вариант выполнения настоящего изобретения может быть направлен на получение полиэтиленовой или полибутиленовой комплексной нити.

Для пояснения настоящего описания следует сказать, что под термином "полипропилен" в данном тексте понимают любую полимерную композицию, содержащую пропиленовые мономеры, либо сами по себе (т.е. гомополимер), либо в смеси, либо в виде сополимера с другими полиолефинами, диенами или другими мономерами (например, с этиленом, бутиленом и т.п.). Этим термином авторы также полагают охватить любые, различные конфигурации и композиции из составляющих мономеров (например, синдиотактические, изотактические и т.п.). Таким образом, авторы полагают данным термином при применении его по отношению к волокнам охватить реально длинные нити, ленты, пряжу и т.п. из вытянутого полимера.

Применительно к данному описанию терминами "волокно" и "комплексная нить" охватывают структуры, имеющие длину, которая значительно превышает их наибольший размер в поперечном сечении (например, диаметр для круглых волокон). Таким образом, под термином "волокно" при его использовании в данном описании понимается структура, отличающаяся от таких структур, как, например, диски, контейнеры, листы и т.п., которые образуются при формировании раздувом или литьем под давлением. Кроме того, термин "комплексная нить" охватывает структуры, включающие по меньшей мере три элементарные нити, которые были сформованы отдельно, например, путем экструдирования через фильеру, до их сближения друг с другом для образования единой комплексной нити.

Один вариант выполнения способа согласно настоящему изобретению, в общем, обозначенный позицией 10, схематически проиллюстрирован на фиг. 1. Согласно проиллюстрированному варианту выполнения полимерную композицию можно вводить в экструдер 12. Например, в одном варианте выполнения полимерная композиция может содержать полипропилен.

В общем, любой полипропилен, пригодный для получения вытянутой комплексной нити, может быть использован в описанном способе. Например, полипропилен, пригодный для использования согласно настоящему изобретению, может, в общем, обладать любой стандартной текучестью расплава. Например, в одном варианте выполнения полипропилен стандартного сорта, пригодный для экструдирования, обладающий индексом текучести расплава (MFI) в пределах от приблизительно 0,2 до приблизительно 50,0, можно использовать для получения описанных комплексных нитей. В одном варианте выполнения можно использовать полипропилен, обладающий MFI в пределах от приблизительно 0,5 до приблизительно 25,0. В одном варианте выполнения можно использовать для получения комплексной нити полипропилен, обладающий MFI в пределах от приблизительно 1,0 до приблизительно 15,0.

В одном варианте выполнения полимерная композиция, вводимая в экструдер 12, может содержать полипропилен и зародышеобразующий агент. Согласно данному варианту выполнения зародышеобразующий агент может, в общем, быть любым веществом, посредством которого можно обеспечивать места зародышеобразования кристаллов полипропилена, которые могут образовываться во время перехода полипропилена из расплавленного состояния в твердое состояние. В одном варианте выполнения зародышеобразующий агент может обладать высокой растворимостью в полипропилене, хотя это не является требованием настоящего изобретения. Не ограничивающий перечень примерных зародышеобразующих агентов может включать, например, дибензилиденный сорбит, как это, в общем, известно в данной области производства, например дибензилиденный сорбит (DBS); монометилдибензилиденные сорбиты, например 1,3:2,4-бис-(*p*-метилбензилиденный) сорбит (*p*-MDBS); диметилдибензилиденные сорбиты, например 1,3:2,4-бис-(3,4-диметилбензилиденный) сорбит (3,4-DMDBS) и т.п. Другие пригодные зародышеобразующие агенты могут включать бензойно-кислый натрий, соли на основе эфиров фосфорной кислоты, например NA-11 и NA-21, созданные компанией Asahi Denka (Япония); или гиперзародышеобразующие агенты, созданные компанией Milliken Chemical (США, шт. Южная Каролина), например Nurperform® HPN-68L.

Согласно раскрытому способу полимерную композицию, которая может в одном варианте выполнения включать полипропилен, соединенный с зародышеобразующим агентом, можно вводить в экструдер 12. В данном конкретном варианте выполнения полипропиленовый компонент и зародышеобразующий агент можно вводить в экструдер 12 либо по отдельности, либо вместе, например, во вход 13. Например, полипропилен и зародышеобразующий агент можно вводить в экструдер 12 либо по отдельности, либо вместе в форме жидкости, порошка или гранул. Например, в одном варианте выполнения полипропилен и зародышеобразующий агент можно вводить вместе в экструдер 12 в форме гранул во вход 13. В другом варианте выполнения зародышеобразующий агент можно вводить в экструдер 12 в форме жидкости. Например, можно использовать зародышеобразующие агенты в форме жидкости, например, описанные в патенте США № 6102999, зарегистрированном на имя Cobb. III и др., включенном в настоящее описание путем ссылки.

Зародышеобразующий агент, если он включен в состав композиции, может, в общем, быть представлен в смеси, которую надлежит экструдировать, в количестве, составляющем менее приблизительно 1 мас.% композиции. Например, зародышеобразующий агент может быть представлен в смеси в количестве, составляющем менее приблизительно 0,5 мас.%. В одном варианте выполнения зародышеобразую-

щий агент может быть представлен в смеси в количестве в пределах от приблизительно 0,01 до приблизительно 0,30 мас.%. В другом варианте выполнения зародышеобразующий агент может быть представлен в смеси в количестве в пределах от приблизительно 0,05 до приблизительно 0,25 мас.%.

Смесь, содержащая полипропилен и, возможно, зародышеобразующий агент, может также содержать различные другие добавки, как это, в общем, известно в данной области производства. Например, в одном варианте выполнения описанная комплексная нить может быть окрашенной комплексной нитью, и смесь может содержать пригодные красящие вещества, например, красители или другие пигменты. Согласно данному варианту выполнения может быть предпочтительным использование зародышеобразующего агента, который бы не оказывал пагубного воздействия на окончательный цвет многокомпонентной комплексной нити, но это не является требованием изобретения, и в других вариантах выполнения можно использовать зародышеобразующие агенты, посредством которых улучшают или другим образом воздействуют на цвет изготавливаемой комплексной нити. Другие добавки, которые можно использовать в сочетании со смесью, могут включать, например, один или большее число антистатиков; антиоксидантов; противомикробных агентов; связующих; стабилизаторов; пластификаторов; осветляющих соединений; очищающих агентов; агентов, способствующих устойчивости к ультрафиолетовому излучению; поверхностно-активных веществ; веществ, улучшающих запах; предохраняющих агентов; агентов, рассеивающих свет; галогенопоглотителей и т.п. Помимо этого, добавки можно вводить в расплав либо в некоторых вариантах выполнения их можно наносить в виде средств поверхностной обработки как на невытянутые пучки элементарных нитей, так и, не обязательно, на вытянутую комплексную нить, как это, в общем, известно в данной области производства.

В одном варианте выполнения экструдер 12 может быть устройством для формования элементарных нитей из расплава, как это, в общем, известно в данной области производства. Например, экструдер 12 может содержать коллектор 11 для смешивания, в котором композицию, содержащую один или большее число полиолефинов и любые другие желаемые добавки, можно смешивать и нагревать для получения расплава композиции. Получение расплава смеси можно, в общем, проводить при такой температуре, чтобы обеспечивать плавление, по существу, всего полипропилена. Например, в одном варианте выполнения смесь можно смешивать и расплавлять в коллекторе 11, нагретом до температуры в пределах от приблизительно 175 до приблизительно 325°C.

В одном необязательном варианте выполнения для способствования обеспечению жидкого состояния расплава смеси расплавленную смесь можно фильтровать перед экструдированием. Например, расплавленную смесь можно фильтровать для удаления любых мелких частиц из смеси, используя сита номеров в пределах от приблизительно № 180 до приблизительно № 360.

Следующая стадия обработки расплавленной смеси заключается в том, что смесь можно подавать под давлением к фильере 14 экструдера 12, где смесь можно экструдировать через множество фильерных отверстий для формования множества элементарных нитей 9. Например, фильера может содержать по меньшей мере три отверстия. В одном варианте выполнения фильера может содержать в пределах от 4 до приблизительно 100000 отдельных фильерных отверстий. В настоящем описании термины "экструзионная головка" и "фильера" используются взаимозаменяемо и под ними понимают один и тот же объект; то же справедливо для терминов "фильерное отверстие", "отверстие экструдера". Фильера 14 может, в общем, быть нагреваемой до температуры, при которой можно экструдировать расплав полимера, но в то же время предотвращать обрыв элементарных нитей 9 во время формования. Например, в одном варианте выполнения фильере 14 можно нагревать до температуры в пределах от приблизительно 175 до приблизительно 325°C. В одном варианте выполнения фильере 14 можно нагревать до той же температуры, что и коллектор 11 для смешивания. Однако это не является требованием данного способа, и в других вариантах выполнения фильере 14 можно нагревать до температуры, отличающейся от температуры коллектора 11 для смешивания.

Размер максимального поперечного сечения фильерных отверстий (например, диаметр, в конкретном случае, когда отверстие круглое), через которые можно экструдировать полимер, может, в общем, составлять менее приблизительно 0,1 дюйм. Например, в одном варианте выполнения размер максимального поперечного сечения фильерных отверстий может быть в пределах от приблизительно 0,002 до приблизительно 0,050 дюйм.

Согласно настоящему изобретению полимер можно экструдировать через фильеру с относительно высокой производительностью. Например, полимер можно экструдировать через фильеру с производительностью не менее приблизительно 50% от производительности, при которой происходит разрыв расплава. Другими словами, производительность может составлять по меньшей мере 50% производительности, при которой расплавленный эксудат может стать чрезмерно деформируемым. Удельная производительность, при которой происходит сильный разрыв расплава, может, в общем, колебаться в зависимости от используемых одного или большего числа экструдированных материалов, общего количества отверстий в фильере, размера фильерного отверстия, а также от температуры эксудата. Например, при рассмотрении процесса экструдирования расплава полипропилена через фильеру, содержащую 8 круглых отверстий, где диаметр каждого составляет 0,012 дюйм, разрыв расплава может происходить при скорости насоса в пределах от приблизительно 22 до приблизительно 24 об/мин, при производительности насоса

(по расплаву) 0,160 см³/об или приблизительно 5,5-6,0 г/мин, при экструдировании 4 потоков расплава полипропилена (гомополимера) при температуре фильеры приблизительно 230°C. Значения удельной производительности, при которой происходит сильный разрыв расплава, любой конкретной системы при использовании конкретных материалов, а также методики определения этих значений, в общем, известны специалистам в данной области производства, и поэтому здесь не приводится более подробное описание данного явления.

Помимо относительно высокой производительности, элементарные нити можно также формовать при относительно малом натяжении при формовании. Сочетанием высокой производительности с малым натяжением при формовании можно обеспечить возможность формования элементарных нитей с относительно низким соотношением размера фильерного отверстия и конечного размера вытянутой элементарной нити в сравнении с другими известными способами получения комплексной нити. Например, соотношение ширины максимального поперечного сечения фильерного отверстия и максимального размера поперечного сечения одной полностью вытянутой элементарной нити, экструдированной через фильерное отверстие, может в одном варианте выполнения составлять в пределах от приблизительно 2 до приблизительно 10. В одном варианте выполнения это соотношение может составлять в пределах от приблизительно 3 до приблизительно 8. Соответственно материал, из которого сформована каждая элементарная нить, может находиться в достаточно релаксированном, неупорядоченном состоянии, когда начинается его охлаждение и кристаллизация.

Вслед за экструдированием полимера невытянутые элементарные нити 9 (см. фиг. 1) можно резко охлаждать в ванне с жидкостью 16 и собирать с помощью вытяжного валика 18 с образованием комплексной структуры, или пучка, 28 элементарных нитей. Не желая прибегать к ссылке на какую-либо конкретную теорию, авторы полагают, что применение способа согласно настоящему изобретению, при котором производят экструдирование элементарных нитей с относительно малым натяжением при формовании и высокой производительностью в сочетании с резким охлаждением полимерных элементарных нитей в ванне с жидкостью, способствует образованию кристаллов со свернутой цепью при сильно неупорядоченном состоянии полимера, что, в свою очередь, обеспечивает возможность выполнения большой вытяжки в процессе формования и, таким образом, обеспечивает возможность получения комплексной нити, обладающей высокой прочностью на разрыв и высоким модулем.

Как это, в общем, известно в данной области производства, полимеры, которые кристаллизуются из расплава при динамическом изменении температуры и условий напряжения, кристаллизуются со скоростью кристаллизации, зависящей как от количества мест зародышеобразования, так и от скорости роста полимерной структуры. Кроме того, оба эти фактора, в свою очередь, относятся к условиям, которым подвергают полимер при его резком охлаждении. Кроме того, полимеры, которые кристаллизуются, находясь в сильно ориентированном состоянии, имеют тенденцию к ограниченной прочности на разрыв и ограниченным модулем, что подтверждается ограниченной возможностью вытяжки таких сильно ориентированных полимеров. Таким образом, для получения комплексной нити, обладающей высокой прочностью на разрыв и высоким модулем, т.е. для получения ее с высокой степенью вытяжки, предложен способ кристаллизации полимера в состоянии сильной неупорядоченности. Соответственно настоящим изобретением предложен способ получения комплексной нити, в котором осуществляют кристаллизацию полимера в сильно неупорядоченном состоянии путем способствования доведению до максимума релаксации элементарной нити в желаемом дезориентированном состоянии во время кристаллизации путем формования полимера при относительно высокой производительности и малом натяжении при формовании. В необязательном варианте выполнения можно также способствовать более высокой скорости кристаллизации, в определенных вариантах выполнения посредством добавления зародышеобразующего агента в расплав. Кроме того, посредством резкого охлаждения сформованных полимерных элементарных нитей в ванне с жидкостью можно ускорить образование кристаллов со свернутой цепью, что также ассоциируется с высокой степенью вытяжки материалов с высокой прочностью на разрыв, высоким модулем.

Как сказано выше, отдельные элементарные нити 9 можно экструдировать согласно описанному способу с относительно малым натяжением при формовании. По существу, вытяжной валик 18 можно вращать с относительно малой скоростью. Например, вытяжному валику 18 может, в общем, быть задана скорость менее приблизительно 25 м/мин. В одном варианте выполнения вытяжному валику 18 может быть задана скорость в пределах от приблизительно 1 до приблизительно 20 м/мин.

Ванна с жидкостью 16, в которой можно резко охлаждать элементарные нити 9, может быть жидкостью, в которой полимер не растворяется. Например, жидкость может быть водой, этиленгликолем или любой другой пригодной жидкостью, как это, в общем, известно в данной области производства. В одном варианте выполнения для дополнительного способствования образованию кристаллов со свернутой цепью в элементарных нитях 9 ванна 16 может быть нагреваемой. Например, ванна может быть нагрета до температуры, близкой к максимальной температуре кристаллизации (T_c) полимера. Например, ванна может быть нагрета до температуры в пределах от приблизительно 50 до приблизительно 130°C.

В общем, для способствования формованию элементарных нитей с, по существу, постоянным размером поперечного сечения элементарной нити, можно исключить чрезмерное перемешивание жидкости

в ванне 16 во время проведения процесса.

В одном варианте выполнения резкое охлаждение полимера может быть начато как можно скорее после выхода из фильеры для способствования кристаллизации полимера, который все еще находится в сильно дезориентированном, релаксированном состоянии непосредственно после экструдирования. Например, в одном варианте выполнения поверхность жидкости в ванне 16 может быть расположена на минимальном расстоянии от фильеры 14. Например, в варианте выполнения, проиллюстрированном на фиг. 2, поверхность жидкости в ванне 16 может находиться на расстоянии от фильеры 14, при котором экструдированные элементарные нити 9 могут входить в ванну 16 в пределах расстояния 31, соответствующего длине участка разбухания элементарной нити 9 на выходе из фильеры. В необязательном варианте выполнения отдельные элементарные нити 9 можно пропускать через нагретую или не нагретую завесу перед погружением в ванну 16. Например, нагретую завесу можно использовать в тех вариантах выполнения, где расстояние между фильерой и поверхностью жидкости в ванне больше длины участка разбухания на выходе из фильеры. В одном варианте выполнения расстояние между фильерой и поверхностью жидкости в ванне может быть менее 2 дюйм. В другом варианте выполнения это расстояние может быть менее 1 дюйм.

Вытяжной валик 18 и валик 20 могут быть расположены в ванне 16 и с их помощью можно транспортировать отдельные элементарные нити 9 и пучок 28 элементарных нитей через ванну 16. Время выдержки материала в ванне 16 может колебаться в зависимости от конкретных материалов, включенных в состав полимерного материала, конкретной линейной скорости и т.д. В общем, элементарные нити 9 и сформированный затем пучок 28 элементарных нитей можно транспортировать через ванну 16 со временем выдержки достаточной продолжительности, чтобы обеспечивать полное охлаждение, т.е. кристаллизацию, полимерного материала. Например, в одном варианте выполнения время выдержки материала в ванне 16 может составлять в пределах от приблизительно 6 с до приблизительно 1 мин.

Вблизи места, где пучок 28 элементарных нитей выводят из ванны 16, из пучка 28 элементарных нитей может быть удален избыток жидкости. Эту стадию можно выполнять, в общем, согласно любому способу, известному в данной области производства. Например, в варианте выполнения, проиллюстрированном на фиг. 1, пучок 28 элементарных нитей можно пропускать через последовательность прижимных валиков 23, 24, 25, 26 для удаления избытка жидкости из пучка элементарных нитей. Однако в альтернативном варианте выполнения можно использовать и другие способы. Например, в другом варианте выполнения избыток жидкости можно удалять из пучка 28 элементарных нитей путем использования вакуума, процесса отжима с использованием резиновых валиков, одного или большего числа воздушных шаберов и т.п.

В одном варианте выполнения на пучок 28 элементарных нитей можно наносить замасливатель. Например, можно наносить отделочный препарат, используемый при формовании, с помощью аппликатора 22 для нанесения препарата, как это, в общем, известно в данной области производства. В общем, на пучок 28 элементарных нитей можно наносить замасливатель при низком содержании воды. Например, на пучок 28 элементарных нитей можно наносить замасливатель, когда содержание воды в пучке элементарных нитей составляет менее приблизительно 75 мас.%. На пучок 28 элементарных нитей можно наносить любой пригодный замасливатель. Например, на пучок 28 элементарных нитей можно наносить пригодный отделочный препарат на масляной основе, например Lurol PP-912, поставляемый компанией Ghoulston Technologies, Inc. Нанесение отделочного препарата или замасливателя на комплексную нить может в некоторых вариантах выполнения изобретения приводить к облегчению обращения с пучком элементарных нитей во время последующих процессов обработки и может также приводить к уменьшению трения и накопления зарядов статического электричества на комплексной нити. Кроме того, отделочное покрытие на комплексной нити может приводить к улучшению проскальзывания между отдельными элементарными нитями комплексной нити во время последующего процесса вытяжки и с его помощью можно увеличить достижимую степень вытяжки и, таким образом, увеличить модуль и прочность на разрыв вытянутой комплексной нити, полученной согласно описанному способу.

После резкого охлаждения пучка 28 элементарных нитей и выполнения любых необязательных стадий обработки, например нанесения замасливателя, пучок элементарных нитей можно, например, подвергнуть вытяжке с одновременным нагревом. Например, в варианте выполнения, проиллюстрированном на фиг. 1, пучок 28 элементарных нитей можно подвергнуть вытяжке в термокамере 43, нагреваемой до температуры в пределах от приблизительно 80 до приблизительно 170°C. Кроме того, в данном варианте выполнения вытяжные валики 32, 34 могут быть расположены либо внутри, либо снаружи термокамеры 43, как это, в общем, известно в данной области производства. В другом варианте выполнения вместо термокамеры в качестве источника тепла можно использовать нагреваемые вытяжные валики 32, 34 для вытяжки комплексной нити при одновременном ее нагреве. Например, вытяжные валики можно нагревать до температуры в пределах от приблизительно 80 до приблизительно 170°C. В другом варианте выполнения комплексную нить можно вытягивать, проводя ее над горячей плитой, нагреваемой до сходной температуры (т.е. в пределах от приблизительно 80 до приблизительно 170°C). В одном варианте выполнения термокамеру, вытяжные валики, горячую плиту или любой другой пригодный источник тепла можно нагревать до температуры в пределах от приблизительно 120 до приблизительно 150°C.

Согласно описанному способу пучок элементарных нитей можно подвергать первичной (или единственной) вытяжке с высокой степенью вытяжки, более высокой в сравнении с достижимой в ранее известных способах получения полиолефиновой комплексной нити из расплава полимера. Например, пучок 28 элементарных нитей можно подвергать вытяжке со степенью вытяжки (определяемой как соотношение скорости валика 34 вторичной или конечной вытяжки и скорости валика 32 первичной вытяжки) более приблизительно 6. Например, в одном варианте выполнения степень первичной (или единственной) вытяжки может быть в пределах от приблизительно 6 до приблизительно 25. В другом варианте выполнения степень вытяжки может быть приблизительно более 10, например приблизительно более 15. Кроме того, комплексная нить может быть обвита вокруг валиков 32, 34, как это, в общем, известно в данной области производства. Например, в одном варианте выполнения вокруг вытяжных валиков может быть обвито в пределах от приблизительно 5 до приблизительно 15 витков комплексной нити.

Хотя в проиллюстрированном варианте выполнения используют последовательность вытяжных валиков для вытяжки комплексной нити, следует понимать, что можно по выбору использовать любой пригодный способ, с помощью которого можно прикладывать силу к комплексной нити для ее удлинения вслед за стадией резкого охлаждения. Например, можно по выбору использовать любое механическое устройство, содержащее прижимные валики, прядильные диски, паровые камеры, воздушные, паровые или другие газовые сопла для вытяжки комплексной нити.

Согласно варианту выполнения, проиллюстрированному на фиг. 1, вслед за стадией вытяжки комплексной нити комплексную нить 30 можно охлаждать и наматывать на паковку 40. Однако в других вариантах выполнения можно выполнять дополнительные процессы обработки комплексной нити 30. Например, в одном варианте выполнения комплексную нить можно подвергать вторичной вытяжке. В общем, стадию вторичной вытяжки можно выполнять при более высокой температуре, чем первичную вытяжку. Например, нагревательный элемент для вторичной вытяжки может быть нагрет до температуры, которая приблизительно на 10-50°C выше температуры нагревательного элемента для первичной вытяжки. Кроме того, вторичную вытяжку можно, в общем, выполнять в меньшей степени, чем первичную вытяжку. Например, вторичную вытяжку можно выполнять со степенью вытяжки менее 5. В одном варианте выполнения вторичную вытяжку можно выполнять со степенью вытяжки менее 3. В случае выполнения множества стадий вытяжки общая степень вытяжки является произведением отдельных значений вытяжки и, таким образом, общая степень вытяжки комплексной нити, вытянутой при первичной вытяжке со степенью вытяжки 3, а затем вытянутой со степенью вытяжки 2, составит 6.

В необязательном варианте выполнения вытянутая комплексная нить может быть подвергнута термофиксации. Например, комплексная нить может быть подвергнута релаксации или вытяжке с очень малой степенью вытяжки (например, со степенью вытяжки в пределах от приблизительно 0,7 до приблизительно 1,3) и подвергнута тепловой обработке при температуре в пределах от приблизительно 130 до приблизительно 150°C в течение короткого промежутка времени, в общем менее 3 мин. В некотором варианте выполнения стадию термофиксации можно выполнять в течение менее одной минуты, например приблизительно в течение 0,5 с. Эта необязательная температура может, в общем, быть более высокой, чем температура(ы) при вытяжке. Данная стадия необязательной термофиксации может служить "закреплением" кристаллической структуры комплексной нити после вытяжки. Кроме того, с ее помощью можно снизить термоусадку, что может быть желательным в некоторых вариантах выполнения.

В другом варианте выполнения отделанную пряжу из комплексной нити можно подвергнуть поверхностной обработке для улучшения определенных свойств пряжи, например смачиваемости или адгезии. Например, пряжа может быть фибриллирована, подвергнута обработке плазмой или коронным разрядом или может быть подвергнута дополнительной поверхностной обработке в виде аппретирования; причем все эти виды обработки, в общем, известны в данной области производства и предназначены для улучшения физических характеристик комплексных нитей. Предпочтительно, чтобы комплексные нити согласно изобретению могли иметь большую площадь поверхности, доступную для поверхностных обработок, и, таким образом, могли обладать значительно улучшенными характеристиками, например адгезией, в сравнении, например, с элементарными нитями, полученными из подобных материалов.

Обычно отделанную пряжу 30 можно наматывать на бобину, или паковку, 40, как это показано на чертеже, и транспортировать ко второму месту для получения вторичного продукта. В альтернативном варианте выполнения, однако, пряжу можно подавать на вторую технологическую линию, где пряжу можно дополнительно обрабатывать с целью получения вторичного продукта, например ткани.

Номинальная тонина одной элементарной нити в полиолефиновой комплексной нити согласно настоящему изобретению может, в общем, составлять в пределах от приблизительно 0,5 до приблизительно 100 денье. Предпочтительно описанная комплексная нить может обладать высокой прочностью на разрыв и высоким модулем при измерении согласно методике ASTM D2256-02 (ASTM - Американское общество по испытанию материалов), которая включена в настоящее описание путем ссылки, в сравнении с другой, ранее известной комплексной полиолефиновой нитью. Например, описанная комплексная нить может обладать прочностью на разрыв более приблизительно 5 г/денье. В одном варианте выполнения комплексная нить может обладать прочностью на разрыв более приблизительно 7 г/денье. Кроме того, комплексная нить согласно настоящему изобретению может обладать высоким модулем, например более

приблизительно 100 г/день. В одном варианте выполнения описанная комплексная нить может обладать модулем более приблизительно 125 г/день, например более приблизительно 150 г/день или более приблизительно 200 г/день.

Кроме того, описанная комплексная нить может обладать относительно низким относительным удлинением. Например, комплексная нить согласно настоящему изобретению может обладать относительным удлинением менее приблизительно 15% при измерении согласно методике ASTM D2256-02. В другом варианте выполнения комплексная нить может обладать относительным удлинением, составляющим менее приблизительно 10%, например менее приблизительно 8%.

Авторы также полагают, что комплексные нити согласно изобретению обладают уникальной кристаллической структурой в сравнении с другими, ранее известными полиолефиновыми комплексными нитями. Существует несколько широко принятых средств, с помощью которых определяют ориентацию молекул в ориентированных полимерных системах; среди них: рассеивание света или рентгеновского излучения, измерение поглощения, анализ механических свойств и т.п. Количественные способы включают широкоугольное рассеяние рентгеновских лучей (WAXS) и малоугловое рассеяние рентгеновских лучей (SAXS).

Посредством использования методов WAXS и SAXS определяют, что описанные комплексные нити обладают высокой кристаллическостью, сильной ориентированностью при малой слоистости структуры или отсутствии слоистости. В частности, элементарные нити, из которых состоят комплексные нити, могут обладать кристаллическостью, составляющей более приблизительно 80%, при использовании методик измерения согласно WAXS, описанных ниже. Например, на фиг. 3 показана картина рассеяния при WAXS, полученная при исследовании одной элементарной нити, извлеченной из комплексной нити, полученной согласно способу в соответствии с настоящим изобретением. В частности, комплексную нить (обозначенную как образец Q в разделе примеров, приведенном ниже) экструдировали через фильеру с 8 фильерными отверстиями при диаметре каждого 0,012 дюйм, резко охлаждали в водяной ванне при 73°C и вытягивали со степенью вытяжки 16,2. Вытянутая комплексная нить имела окончательную тонины 406 г/9000 м. Как можно увидеть на фиг. 3, где 0φ параллельна комплексной нити, аморфная область 2θ описанных комплексных нитей может составлять от 10 до 30, а φ составляет от 60 до 90 (темная область вблизи нижней части на фиг. 3), и кристаллическая область 29 может составлять от 10 до 30, а φ от -15 до 15 (включающая яркие пятна по бокам на фиг. 3). Таким образом, путем интегрирования интенсивности рассеяния рентгеновских лучей в кристаллических и аморфных областях можно получить кристаллическость элементарной нити в следующем виде:

$$\frac{(I_x - I_A)}{(I_x)}$$

Формула 1

где I_x представляет интенсивность рассеяния в кристаллической области;

I_A представляет интенсивность рассеяния в аморфной области.

Кроме того, полиолефиновые комплексные нити согласно изобретению могут быть сильно ориентированными, как это показано на фиг. 3 пиками WAXS малой ширины.

На фиг. 4 показана картина рассеяния при SAXS, полученная при исследовании элементарной нити, представленной на фиг. 3. Неожиданно, никакая из ожидавшихся структур, относящихся к кристаллической форме, ориентации и аморфным областям, не появилась на фиг. 4, и комплексная нить выглядит так, будто не содержит действительных аморфных областей вообще, но выглядит так, будто полностью состоит из кристаллических областей и сильно ориентированных аморфных областей.

Образцы SAXS комплексных нитей, полученных согласно ранее известным способам, в общем, включают чередующиеся кристаллические и аморфные области, как это проиллюстрировано яркими местами интенсивности рассеяния в центре комплексной нити (см., например, статью Polypropylene Fibers - Science and Technology/Полипропиленовые волокна. - Наука и технология/ М. Ahmed, Elsevier Scientific Publishing Company, 1982, с. 192-203, которая включена в настоящее описание путем ссылки). Расположение этих мест можно использовать для определения длиннопериодных расстояний между периодически повторяющимися областями кристалла. Отсутствие этих мест на фиг. 4 указывает на то, что любые аморфные области в комплексной нити согласно изобретению, представленной на фиг. 4, имеют электронную плотность, почти идентичную электронной плотности кристаллических областей, и, таким образом, состоят из плотных, сильно ориентированных аморфных цепей, или они вообще отсутствуют. При совмещении с образцом, полученным путем WAXS, представленным на фиг. 3, которая указывает на то, что интенсивность аморфных областей составляет по меньшей мере 15%, можно принять, что аморфные области представленной элементарной нити наиболее вероятно состоят из сильно ориентированных цепей.

Кроме того, экваториальное рассеяние на образцах, полученных путем SAXS, в общем, восходит из центра перпендикулярно оси элементарной нити и выступает в виде длинной, тонкой полоски, идущей от центра в каждом направлении. В комплексных нитях согласно изобретению (и с дополнительной ссылкой на фиг. 4) эти полоски экваториального рассеяния значительно увеличены до такой степени, что их более правильно описывать как "крылья". Это экваториальное рассеяние восходит от фибрилляции кристаллических сегментов в более четко определяемые иглообразные комплексы. Длинная экваториальная

полоска восходит от цилиндрических, "шиш"-типа структур большой концентрации в комплексной нити с тонкими слоями, организованными между или вокруг образований "шиш"-типа, в виде "кебабов". Эти полосы, в общем, появляются в более сильно вытянутых структурах, например в структурах, полученных согласно настоящему изобретению.

Как это также видно на фиг. 4, элементарные нити, из которых сформированы комплексные нити согласно настоящему изобретению, при большой вытяжке почти не дают меридиональных отражений, а экваториальное рассеяние столь сильное, что соотношение интенсивности экваториального рассеяния и меридионального рассеяния высокое, но остается сильный контраст по плотности, определяемый общей интенсивностью.

В общем, элементарные нити, из которых сформированы комплексные нити согласно настоящему изобретению, могут обладать характеристиками SAXS, включающими соотношение интенсивности экваториального рассеяния и меридионального рассеяния, составляющее более приблизительно 1,0. В одном варианте выполнения это соотношение может составлять более приблизительно 3. Элементарные нити, из которых сформированы описанные комплексные нити, могут, в общем, демонстрировать интенсивность экваториального рассеяния, интегрированную по 2θ , в пределах от приблизительно 0,4 до приблизительно 1,0, а ϕ - от приблизительно 60 до приблизительно 120 и от приблизительно 240 до приблизительно 300 (нулевое значение ϕ параллельно комплексной нити или является вертикалью на фиг. 4). Кроме того, комплексные нити могут демонстрировать интенсивность меридионального рассеяния, интегрированную по 2θ , в пределах от приблизительно 0,4 до приблизительно 1,0, а ϕ - от приблизительно -60 до приблизительно 60 и от приблизительно 120 до приблизительно 240.

Описанные комплексные полиолефиновые нити можно с успехом использовать во многих областях применения. Например, благодаря высокой прочности на разрыв описанных комплексных нитей их можно использовать в любых областях применения, где использовали ранее известные комплексные полиолефиновые нити. Например, в определенных вариантах выполнения описанные комплексные нити можно с успехом использовать в качестве армирующего материала в матричном материале. Например, в одном варианте выполнения последующее получение комплексной вытянутой нити согласно описанным способам может содержать дополнительные процессы, благодаря которым она может стать пригодной для использования в качестве армирующего материала в матричном материале. Например, комплексную нить согласно настоящему изобретению можно штапелировать, фибриллировать, расплющивать или другим образом деформировать, как это, в общем, известно в данной области производства. Так как комплексные нити изготавливают для получения описанных армирующих материалов, комплексные нити можно не только укорачивать, деформировать, придавать им шероховатость и т.п., но, кроме того, комплексные нити можно расщеплять. Это означает, что во время получения отдельные элементарные нити комплексных нитей можно отделять одни от других при получении описанных армирующих материалов.

Соответственно один вариант выполнения настоящего изобретения направлен на создание армирующих материалов, изготавливаемых из описанных комплексных нитей. В частности, армирующие материалы согласно настоящему изобретению могут включать штапелированные, расщепленные и/или деформированные комплексные нити согласно данному описанию. В общем, армирующие материалы могут содержать относительно короткие отрезки комплексных нитей и/или отдельных элементарных нитей, отщепленных от полученных комплексных нитей. Например, армирующие материалы согласно настоящему изобретению могут, в общем, иметь длину около 5 дюйм. В одном варианте выполнения армирующие материалы могут иметь длину менее приблизительно 3 дюйм, например менее приблизительно 1 дюйм.

Во время использования армирующие материалы согласно раскрытому изобретению можно сочетать с матричным материалом, например связующими материалами, асфальтом, пластиками, резиной или способными к гидратации цементными композициями, содержащими товарный бетон или сборный бетон, кладочный бетон, торкретбетон, асфальтобетон, гипсовые композиции, огнеупорные композиции на цементной основе и т.п.

В одном варианте выполнения настоящего изобретения описанные комплексные нити можно дополнительно обрабатывать, если это необходимо, и использовать для получения вторичных продуктов, содержащих данные продукты, которые в прошлом изготавливали с использованием ранее известных комплексных полиолефиновых нитей. Например, описанные комплексные нити можно использовать для получения канатов, тканей или нетканых материалов, которые можно найти, например, в приводных ремнях или рукавах, кровельных материалах, геотекстиле и т.п. В частности, описанные комплексные нити могут быть пригодны для использования их в получении вторичных продуктов согласно любой известной технологии, в которых использовали в прошлом ранее известные полиолефиновые комплексные нити. Однако благодаря улучшению физических свойств описанных комплексных нитей, а конкретно, благодаря более высокому модулю и прочности на разрыв описанных комплексных нитей, вторичные продукты, полученные с использованием комплексных нитей согласно изобретению, могут обладать улучшенными характеристиками, например, по прочности на разрыв в сравнении с подобными продуктами, полученными из ранее известных комплексных полиолефиновых нитей.

Изобретение можно лучше понять при ознакомлении со следующим примером.

Были получены образцы комплексной нити на оборудовании, подобном проиллюстрированному на фиг. 1. В частности, оборудование содержало одношнековый экструдер с диаметром шнека 3/4 дюйм и формой шнека 24:1, с тремя температурными зонами, с головкой с насосом для подачи расплава и фильерой; ванну для охлаждающей жидкости (длиной 40 дюйм) с двумя валиками в ванне; вакуумную систему для удаления воды; аппликатор для нанесения отделочного препарата; три нагреваемых прядильных диска; термокамеру с принудительной подачей воздуха (длиной 120 дюйм); намоточное устройство Leesona®.

Материалы, которые использовали для получения комплексных нитей, включали Atofina® 3462 - полипропиленовый гомополимер с индексом текучести расплава 3,7 и Atofina® 3281 - полипропиленовый гомополимер с индексом текучести расплава 1,3 (оба от компании ATOFINA Petrochemicals, Inc. /США, шт. Техас, г. Хьюстон/); 10-процентный концентрат композиции зародышеобразующего агента, специальный, марки Miliad® 3988 (3,4-диметилдипензилидиеновый сорбит) в полипропиленовом гомополимере с индексом текучести расплава 12 (от компании Standridge Color Corp. (США, шт. Джорджия, Social Circle)) и полиэтиленовый гомополимер с индексом текучести расплава 12 (от компании TDL Plastics (США, шт. Техас, г. Хьюстон)).

В табл. 1 представлены данные, характеризующие условия получения 37 различных образцов, включая материал, из которого изготавливали образец (включая использованный полимер и долю (%) зародышеобразующего агента от массы всего расплава); размер фильерного отверстия (дюйм); общее количество экструдруемых элементарных нитей; температуру охлаждающей воды в ванне; скорость вытяжных валиков; общую степень вытяжки (отношение скорости валика 3 к скорости валика 1); температуру в вытяжной термокамере. Кроме того, так как зародышеобразующий агент вводили в составе композиции с 10% концентрацией зародышеобразующего агента в полипропиленовом гомополимере с индексом текучести расплава 12, материал, из которого изготавливали эти образцы, содержащий некоторое количество зародышеобразующего агента, также содержал некоторое количество полипропиленового гомополимера с индексом текучести расплава 12 из концентрата. Например, образец, обозначенный как содержащий FINA 3462/0,2% Miliad, содержал 0,2 мас.% зародышеобразующего агента, 1,8 мас.% полипропиленового гомополимера с индексом текучести расплава 12, использованного для образования композиции с 10% зародышеобразующим агентом, и 98 мас.% полипропиленового гомополимера FINA 3462 с индексом текучести расплава 3,7.

Таблица 1

Образец	Материал	Размер фильерного отверстия дюйм	Количество элементарных нитей #	Темп. воды °C	Валик			Степень вытяжки	Темп. в термокамере °C
					Валик 1 м/мин	Валик 2 м/мин	Валик 3 м/мин		
A	Fina 3462	0,04	1	25	11,3	100	110	9,7	120
B	Fina 3462/0,2% Millad	0,04	1	25	9	123	123	15,4	140
C	Fina 3462/0,2% Millad	0,027	17	25	5	30	30	6,0	120
D	Fina 3462/0,2% Millad	0,027	17	25	5	37,5	37,5	7,5	150
E	Fina 3462/0,25% Millad	0,018	1	25	10,5	135	135	12,9	130
F	Fina 3462/0,25% Millad	0,018	8	25	9	85	85	9,4	130
G	Fina 3462/0,25% Millad	0,018	8	25	6	85	85	14,2	130
H	Fina 3462/0,25% Millad	0,012	8	25	8,75	85	85	9,7	130
I	Fina 3462/0,25% Millad	0,012	8	25	9,5	85	85	8,9	130
J	Fina 3462/0,20% Millad	0,012	8	25	8	85	85	10,6	130
K	Fina 3462/0,20% Millad	0,012	8	25	6,25	85	85	13,6	130
L	Fina 3462/0,20% Millad	0,012	8	25	5,5	85	85	15,5	130
M	Fina 3462/0,20% Millad	0,012	8	25	5,5	85	85	15,5	130
N	Fina 3462/0,20% Millad	0,012	5	25	5	85	85	17,0	130
O	Fina 3462/0,20% Millad	0,012	5	55	6	85	85	14,2	130
P	Fina 3462/0,20% Millad	0,012	5	55	6	85	85	14,2	130
Q	Fina 3462/0,20% Millad	0,012	8	73	5,25	84	85	16,2	130
R	Fina 3462/0,20% Millad	0,012	8	85	5,5	84	85	15,5	130
S	Fina 3462/0,20% Millad	0,012	8	85	5,25	84	85	16,2	130
T	Fina 3462/0,20% Millad	0,012	8	82	4,75	84	85	17,9	145
U	Fina 3462/0,20% Millad	0,012	8	82	4,6	84	85	18,5	150
V	Fina 3281/0,2% Millad	0,012	8	75	4,5	84	85	18,9	140
W	Fina 3281/0,2% Millad	0,012	8	75	4,5	84	85	18,9	140
X	Fina 3281	0,012	8	75	6	84	85	14,2	130
Y	Fina 3281	0,012	8	75	4,5	84	85	18,9	140
Z	Fina 3281	0,012	8	75	4,25	84	85	20,0	140
AA	Fina 3281w/ 5% 12 MFI PE	0,012	8	75	5	84	85	17,0	130
BB	Fina 3281/0,2% Millad	0,012	8	75	4,75	84	85	17,9	150
CC	Fina 3281/0,2% Millad	0,012	8	75	4,25	84	85	20,0	140
DD	Fina 3281/0,2% Millad	0,012	8	75	4	84	85	21,3	140
EE	Fina 3281/0,2% Millad	0,012	8	75	4	84	85	21,3	140
FF	Fina 3281/0,2% Millad	0,012	8	75	4	84	85	21,3	140
GG	Fina 3281/0,2% Millad	0,012	8	75	5	84	85	17,0	140
HH	Fina 3281/0,2% Millad	0,012	8	75	4,75	84	85	17,9	140
II	Fina 3281/0,2% Millad	0,008	20	75	4,25	84	85	20,0	140
JJ	Fina 3281/0,2% Millad	0,008	20	75	5,5	84	85	15,5	150
KK	Fina 3281/0,2% Millad	0,008	20	75	4,25	84	85	20,0	140

После формования образцы испытывали, определяя ряд физических свойств, включая тонины комплексной нити (денье); тонины отдельной элементарной нити (денье); относительное удлинение; прочность на разрыв; модуль и жесткость; все параметры определяли согласно методике ASTM D2256-02,

ранее включенной в настоящее описание путем ссылки. Результаты испытаний приведены в табл. 2.

Таблица 2

Образец	Материал	Тонна	Тонна	Относительное удлинение	Прочность на разрыв	Модуль	Жесткость
		(день)	отклонение от номинального значения (%)				
		г/9000 м	г/9000 м	%	г/день	г/день	г/день
A	Fina 3462	302	302	24	5,2	60	
B	Fina 3462/0.2% Millad	292	292	8	5,9	107	
C	Fina 3462/0.2% Millad	1300	76	21	5,5	50	
D	Fina 3462/0.2% Millad	1414	83	16	4,2	43	
E	Fina 3462/0.25% Millad	63	63	10	7,9	125	
F	Fina 3462/0.25% Millad	293	37	22	8,5		
G	Fina 3462/0.25% Millad	532	67	11,7	10,4	173	
H	Fina 3462/0.25% Millad	210	26	16,9	8,1	100	
I	Fina 3462/0.25% Millad	181	20	14,8	7,2	100	
J	Fina 3462/0.20% Millad	222	28	15,0	9,0	108	
K	Fina 3462/0.20% Millad	316	40	9,1	8,4	154	
L	Fina 3462/0.20% Millad	362	45	8,9	8,8	159	
M	Fina 3462/0.20% Millad	420	53	11,2	9,6	146	
N	Fina 3462/0.20% Millad	297	59	10,4	10,5	171	
O	Fina 3462/0.20% Millad	287	57	11,3	9,4	144	
P	Fina 3462/0.20% Millad	276	55	9,2	7,7	132	
Q	Fina 3462/0.20% Millad	406	51	9,3	11,6	207	
R	Fina 3462/0.20% Millad	369	46	14,0	8,2		
S	Fina 3462/0.20% Millad	390	49	14,0	8,4		
T	Fina 3462/0.20% Millad	345	43	9,3	10,4	189	
U	Fina 3462/0.20% Millad	324	41	8,8	10,9	201	
V	Fina 3281/ 0.2% Millad	353	44	7,3	9,3	185	
W	Fina 3281/ 0.2% Millad	358	45	6,9	9,7	203	
X	Fina 3281	329	41	12,5	9,3	131	0.75
Y	Fina 3281	301	38	10,7	10,3	160	0.73
Z	Fina 3281	316	40	9,7	9,8	165	0.66
AA	Fina 3281w/ 5% 12 MFI PE	328	41	14,0	8,9		
BB	Fina 3281/0.2% Millad	270	34	9,1	8,5	159	0.62
CC	Fina 3281/0.2% Millad	287	36	8,6	8,9	181	0.58
DD	Fina 3281/0.2% Millad	265	33	8,9	10,4	203	0.68
EE	Fina 3281/0.2% Millad	364	46	8,1	9,1	178	0.61
FF	Fina 3281/0.2% Millad	403	50	6,5	8,5	181	0.41
GG	Fina 3281/0.2% Millad	356	45	8,4	10,3	200	0.60
HH	Fina 3281/0.2% Millad	375	47	5,3	8,8	203	0.39
II	Fina 3281/0.2% Millad	396	20	6,4	8,3	178	0.46
JJ	Fina 3281/0.2% Millad	589	29	9,6	9,2	166	0.65
KK	Fina 3281/0.2% Millad	423	21	8,1	7,8	178	0.47

Анализ с применением методики рассеяния рентгеновских лучей

Образцы исследовали с применением малоуглового рассеяния рентгеновских лучей (SAXS). Данные испытаний по SAXS собирали на многопроходном детекторе модели Hi-Star компании Bruker AXS (США, шт. Висконсин, г. Мэдисон), расположенном на расстоянии 105,45 см от образца в вакуумной камере Anton-Paar. Рентгеновские лучи ($\lambda=0,154178$ нм) генерировали на установке MacScience с вращаемым анодом (40 кВ, 40 мА) и фокусировали, пропуская через три микроканала, до размера 0,2 мм. Вся система (генератор, детектор, направитель пучка, держатель образца и программное обеспечение) доступна для приобретения и поставляется как единая установка компанией Bruker AXS. Детектор калибровали согласно рекомендациям изготовителя, используя образец из бегената серебра.

Типичный сбор данных SAXS проводили следующим образом: пучок полипропиленовых элементарных нитей обвивали вокруг держателя, который помещали в пучок рентгеновских лучей внутри вакуум-камеры Anton-Paar на рентгеновском оборудовании. В камере для образца и в направителе пучка создавали разрежение менее 100 мторр и образец подвергали воздействию пучка рентгеновских лучей в течение периода времени в пределах от приблизительно 45 мин до 1 ч. Массив двумерных данных собирали с помощью детектора и разворачивали автоматически с помощью программного обеспечения системы.

Анализ распределения интенсивности рассеяния ($2\theta=0,2-2,5^\circ$) в экваториальном или меридиональном направлениях вычисляли, используя массивы необработанных данных, путем деления рассеяния на 2 области: область экваториального рассеяния, интегрированного по 2θ в пределах приблизительно от 0,4 до приблизительно 1,0, и ϕ от приблизительно 60 до приблизительно 120 и от приблизительно 240 до приблизительно 300 (нулевое значение ϕ было параллельно комплексной нити или являлось вертикалью на фиг. 4), и область меридионального рассеяния, интегрированного по 2θ в пределах от приблизительно 0,4 до приблизительно 1,0, и ϕ от приблизительно -60 до приблизительно 60 и от приблизительно 120 до приблизительно 240. Итоговое значение суммировали для каждой из двух областей и вычисляли соотношение, данные для каждого образца свели в табл. 3.

Таблица 3

Образец	Материал	Меридиональное рассеяние	Экваториальное рассеяние	Соотношение экваториального рассеяния и меридионального рассеяния
		число	число	
A	Fina 3462	150499	18174	0.12
B	Fina 3462/0.2% Millad	83716	293818	3.51
C	Fina 3462/0.2% Millad	125348	20722	0.17
D	Fina 3462/0.2% Millad	169657	37642	0.22
E	Fina 3462/0.25% Millad	57067	265606	4.65
F	Fina 3462/0.25% Millad	28192	23494	0.83
G	Fina 3462/0.25% Millad	34164	182207	5.33
H	Fina 3462/0.25% Millad	14203	11505	0.81
I	Fina 3462/0.25% Millad	21722	17758	0.82
J	Fina 3462/0.20% Millad	36264	74971	2.07
K	Fina 3462/0.20% Millad	82734	662846	8.01
L	Fina 3462/0.20% Millad	47815	175599	3.67
M	Fina 3462/0.20% Millad	53247	323136	6.07
N	Fina 3462/0.20% Millad	89254	561719	6.29
O	Fina 3462/0.20% Millad	52212	313477	6.00
P	Fina 3462/0.20% Millad	57344	365467	6.37
Q	Fina 3462/0.20% Millad	107220	401479	3.74
R	Fina 3462/0.20% Millad	40419	59163	1.46
S	Fina 3462/0.20% Millad	48712	106876	2.19
T	Fina 3462/0.20% Millad	49098	153474	3.13
U	Fina 3462/0.20% Millad	65459	210907	3.22
V	Fina 3281/ 0.2% Millad	54222	220056	4.06
W	Fina 3281/ 0.2% Millad	43058	257097	5.97

X	Fina 3281	53060	159811	3.01
Y	Fina 3281	57218	210415	3.68
Z	Fina 3281	45224	186045	4.11
AA	Fina 3281w/ 5% 12 MF1 PE	35826	87938	2.45
BB	Fina 3281/0.2% Millad	37907	98972	2.61
CC	Fina 3281/0.2% Millad	54109	164494	3.04
DD	Fina 3281/0.2% Millad	47656	202256	4.24
EE	Fina 3281/0.2% Millad	51026	171581	3.36
FF	Fina 3281/0.2% Millad	48872	181346	3.71
GG	Fina 3281/0.2% Millad	49382	282585	5.72
HH	Fina 3281/0.2% Millad	54467	348671	6.40
II	Fina 3281/0.2% Millad	57703	260487	4.51
JJ	Fina 3281/0.2% Millad	52353	178923	3.42
KK	Fina 3281/0.2% Millad	46881	203281	4.34

Как видно из табл. 3, хотя описанные материалы могут в некоторых случаях показывать рост профиля кривой рассеяния при SAXS как в меридиональном, так и в экваториальном направлениях, меридиональное рассеяние является небольшим в сравнении с очень необычным сильным экваториальным рассеянием, в результате чего получаются большие значения соотношения экваториального рассеяния и меридионального рассеяния. Самое маленькое наличие крыльев интенсивного рассеяния в экваториальном направлении указывает на наличие желаемых кристаллических структур, которые придают высокую прочность на разрыв и высокое значение модуля, обнаруженных у комплексных нитей.

Следует учитывать, что описанные выше примеры, приведенные с целью иллюстрации, не следует рассматривать как ограничивающие объем настоящего изобретения. Хотя подробно описано выше только небольшое число примерных вариантов выполнения настоящего изобретения, специалист в данной области производства может представить, что возможно множество модификаций в примерных вариантах выполнения без реального отступления от новизны и преимуществ настоящего изобретения. Соответственно все такие модификации согласно намерениям авторов включены в объем настоящего изобретения, которое определено следующей формулой изобретения и всеми ее эквивалентами. Кроме того, авторы считают, что можно представить множество вариантов выполнения, в которых не достигнуты все преимущества некоторых вариантов выполнения, но отсутствие конкретных преимуществ не следует обязательно толковать таким образом, что такой вариант выполнения находится за пределами объема настоящего изобретения.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ получения комплексной нити, включающий получение расплава полимерной композиции, содержащей по меньшей мере один полипропилен; экструдирование расплава полимерной композиции через множество фильерных отверстий для формования множества элементарных нитей (9) из полимерной композиции; резкое охлаждение элементарных нитей (9) в ванне с жидкостью (16); сбор элементарных нитей (9) для формирования пучка волокон (28) из множества элементарных нитей; вытяжку пучка волокон (28) из множества элементарных нитей со степенью вытяжки более 6 для получения вытянутой комплексной нити (30), в которой пучок волокон (28) из множества элементарных нитей вытягивают при нагревании, отличающийся тем, что вытягивание осуществляют при температуре в пределах от 120 до 150°C, а время выдержки элементарных нитей (9) в ванне с жидкостью (16) устанавливают достаточным для обеспечения кристаллизации элементарных нитей (9).
2. Способ по п.1, в котором полипропилен является сополимером.
3. Способ по п.1, в котором полимерная композиция содержит по меньшей мере два полипропилена.
4. Способ по п.1, в котором полипропилен обладает индексом текучести расплава в пределах от приблизительно 0,2 до приблизительно 50,0.
5. Способ по п.1, в котором полимерная композиция дополнительно содержит зародышеобразующий агент.
6. Способ по п.5, в котором зародышеобразующий агент является дибензилиденовым сорбитом.
7. Способ по п.5, в котором зародышеобразующий агент представлен в полимерной композиции в количестве менее приблизительно 1 мас.% композиции.
8. Способ по п.1, в котором максимальный размер поперечного сечения фильерного отверстия составляет в пределах от приблизительно 0,051 мм (0,002 дюйм) до приблизительно 1,27 мм (0,050 дюйм).
9. Способ по п.1, в котором элементарные нити (9) экструдировать со скоростью в пределах от приблизительно 1 до приблизительно 25 м/мин.
10. Способ по п.1, в котором ванну с жидкостью (16) нагревают.
11. Способ по п.10, в котором ванну с жидкостью (16) нагревают до температуры в пределах от приблизительно 50 до приблизительно 130°C.
12. Способ по п.1, в котором каждая экструдированная элементарная нить (9) разбухает на выходе из фильерного отверстия (31) рядом с фильерой, а поверхность жидкости в ванне (16) находится на расстоянии в пределах величины разбухания на выходе из фильеры (31).
13. Способ по п.1, дополнительно включающий пропуск элементарных нитей (9) через газовую завесу перед резким охлаждением элементарных нитей (9) в ванне с жидкостью (16).
14. Способ по п.1, дополнительно включающий нанесение замасливателя на пучок волокон (28).
15. Способ по п.1, в котором пучок волокон (28) подвергают вытяжке в термокамере (43), нагреваемой до температуры в пределах от приблизительно 120 до приблизительно 150°C.
16. Способ по п.1, в котором пучок волокон (28) подвергают вытяжке, используя нагреваемые вытяжные валики (32, 34), нагреваемые до температуры в пределах от приблизительно 120 до приблизительно 150°C.
17. Способ по п.1, в котором степень вытяжки составляет в пределах от приблизительно 6 до приблизительно 25.
18. Способ по п.1, в котором степень вытяжки составляет более 10.
19. Способ по п.1, дополнительно включающий вторичную вытяжку вытянутой комплексной нити (30), в котором степень вытяжки при вторичной вытяжке меньше первичной степени вытяжки.
20. Способ по п.1, дополнительно включающий термофиксацию вытянутой комплексной нити (30).
21. Способ по п.1, в котором соотношение максимального размера поперечного сечения одного фильерного отверстия и максимального размера поперечного сечения одной вытянутой элементарной нити (9), экструдированной из этого фильерного отверстия, составляет в пределах от приблизительно 1 до приблизительно 10.
22. Способ по п.1, в котором соотношение максимального размера поперечного сечения одного фильерного отверстия и максимального размера поперечного сечения одной вытянутой элементарной нити (9), экструдированной из этого фильерного отверстия, составляет в пределах от приблизительно 3 до приблизительно 8.
23. Способ по п.1, дополнительно включающий штапелирование вытянутой комплексной нити (30) на отрезки длиной менее приблизительно 127 мм (5 дюйм) для образования армирующего материала для матричного материала.
24. Способ по п.23, дополнительно включающий деформирование, придание шероховатости или

измельчение вытянутой комплексной нити (30).

25. Способ по п.23, в котором матричный материал выбирают из группы, состоящей из связующих материалов, асфальта, пластика, резины или способных к гидратации цементных композиций.

26. Способ по п.1, дополнительно включающий получение вторичного продукта, содержащего вытянутую комплексную нить (30), причем вторичный продукт выбирают из группы, состоящей из каната, ткани и нетканого материала.

27. Способ по п.1, где полипропилен имеет индекс текучести расплава в пределах от приблизительно 2 до приблизительно 50.

28. Комплексная нить, полученная по способу по пп.1-27, содержащая по меньшей мере три элементарные нити (9), где каждая элементарная нить (9) содержит полипропилен и обладает тониной менее приблизительно 300 г/9000 м, причем комплексная нить (30) вытянута со степенью вытяжки более приблизительно 6 и она обладает модулем, составляющим более приблизительно 113 cN/dtex (100 г/денье), отличающаяся тем, что по меньшей мере одна из элементарных нитей (9) обладает кристалличностью согласно методике измерения с применением WAXS, составляющей более приблизительно 80%, или по меньшей мере одна из элементарных нитей (9) имеет соотношение интенсивности рассеяния в экваториальном направлении и интенсивности рассеяния в меридиональном направлении более приблизительно 1,0 согласно методике измерения с применением SAXS, и комплексная нить (30) имеет удлинение менее чем примерно 10%.

29. Комплексная нить по п.28, обладающая прочностью на разрыв более 6 cN/dtex (5 г/денье).

30. Комплексная нить по п.28, в которой каждая элементарная нить (9) обладает тониной в пределах от приблизительно 0,5 г/9000 м до приблизительно 100 г/9000 м.

31. Комплексная нить по п.28, обладающая модулем, составляющим более 170 cN/dtex (150 г/денье).

32. Комплексная нить по п.28, обладающая прочностью на разрыв, составляющей более 8 cN/dtex (7 г/денье).

33. Комплексная нить по п.28, в которой по меньшей мере одна из элементарных нитей (9) обладает соотношением интенсивности рассеяния в экваториальном направлении и интенсивности рассеяния в меридиональном направлении более 3,0 согласно методике измерения с применением SAXS.

34. Комплексная нить по п.28, дополнительно содержащая зародышеобразующий агент.

35. Комплексная нить по п.34, в которой зародышеобразующий агент является дибензилиденовым сорбитом.

36. Комплексная нить по п.28, содержащаяся во вторичном продукте, выбираемом из группы, состоящей из каната, ткани и нетканого материала.

37. Армирующий материал, содержащий комплексную нить по пп.28-36, со штапельной длиной менее приблизительно 5 дюйм, причем комплексная нить содержит по меньшей мере три элементарные нити, а каждая элементарная нить содержит полипропилен и обладает тониной менее приблизительно 300 г/9000 м, причем комплексная нить вытянута со степенью вытяжки более приблизительно 6 и обладает модулем, составляющим более приблизительно 40 г/денье, где армирующий материал предназначен для армирования матричного материала.

38. Армирующий материал по п.37, в котором комплексные нити расщеплены.

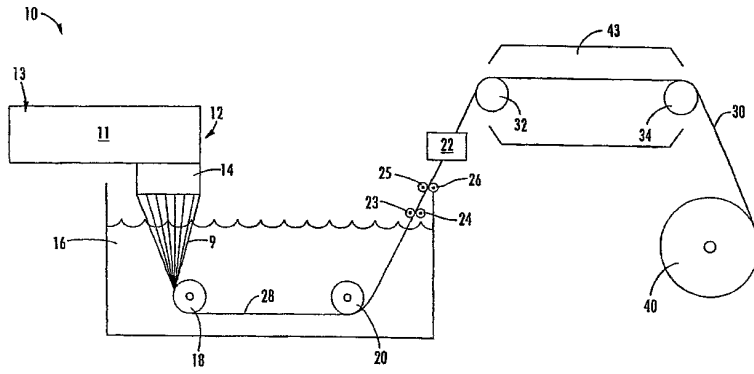
39. Армирующий материал по п.37, в котором комплексные нити деформированы.

40. Армирующий материал по п.37, в котором комплексная нить имеет штапельную длину менее приблизительно 3 дюйм.

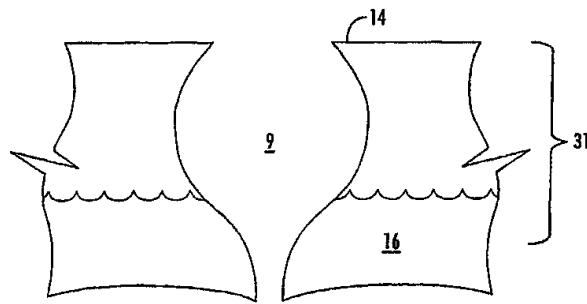
41. Армирующий материал по п.37, в котором комплексная нить имеет штапельную длину менее приблизительно 1 дюйм.

42. Армирующий материал по п.37, в котором комплексная нить обладает прочностью на разрыв, составляющей более приблизительно 5 г/денье.

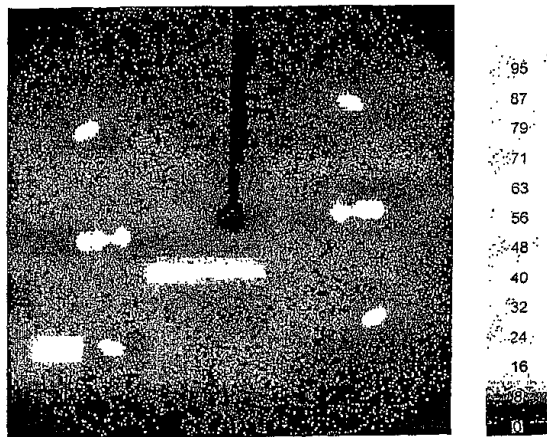
43. Армирующий материал по п.37, в котором комплексная нить обладает модулем, составляющим более приблизительно 100 г/денье.



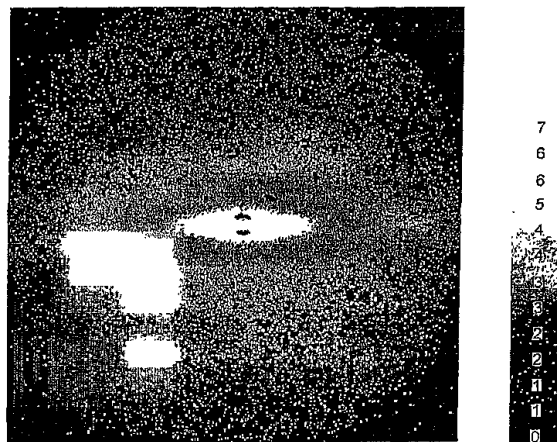
Фиг. 1



Фиг. 2



Фиг. 3



Фиг. 4



Евразийская патентная организация, ЕАПВ

Россия, 109012, Москва, Малый Черкасский пер., 2