(19)日本国特許庁(JP)　(12)公表特許公報(A)　(11)特許出願公表番号
特表2004-530059
(P2004-530059A)
(43)公表日　平成16年9月30日(2004.9.30)

(51)Int.Cl.[7]	F I	テーマコード（参考）
D06H 5/00	D06H 5/00	3B154

審査請求 未請求　予備審査請求 有　（全 94 頁）

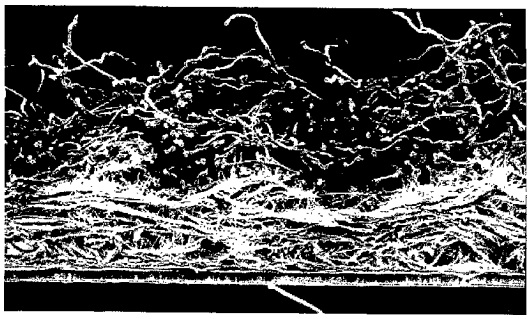
(21)出願番号	特願2002-590155(P2002-590155)
(86)(22)出願日	平成14年3月26日(2002.3.26)
(85)翻訳文提出日	平成15年11月13日(2003.11.13)
(86)国際出願番号	PCT/US2002/009234
(87)国際公開番号	WO2002/092899
(87)国際公開日	平成14年11月21日(2002.11.21)
(31)優先権主張番号	09/858,273
(32)優先日	平成13年5月15日(2001.5.15)
(33)優先権主張国	米国(US)

(71)出願人　500467390
スリーエム　イノベイティブ　プロパティズ　カンパニー
アメリカ合衆国，ミネソタ　５５１３３－３４２７，セント　ポール，ピー．オー．ボックス　３３４２７，スリーエム　センター
(74)代理人　100099759
弁理士　青木　篤
(74)代理人　100077517
弁理士　石田　敬
(74)代理人　100087413
弁理士　古賀　哲次
(74)代理人　100111903
弁理士　永坂　友康

最終頁に続く

(54)【発明の名称】極細繊維絡合製品および関連方法

(57)【要約】
極細繊維絡合製品と、極細繊維材料または極細繊維形成性材料から、折り重ねる、織る、ラップする、撚る、結びつける、編組みすることによってまたは別のやり方で組み合わせることできる極細繊維材料および他の材料を組み入れた様々な有用な製品構築物を有する極細繊維絡合製品を製造する方法とが記載される。



【特許請求の範囲】
【請求項１】
極細繊維絡合製品を形成する方法であって、極細繊維形成性材料を第２材料と接触させる工程と、前記極細繊維形成性材料をミクロフィブリル化して前記第２材料と絡み合った極細繊維を形成する工程と、を含む方法。
【請求項２】
前記第２材料が極細繊維形成性材料である、請求項１に記載の方法。
【請求項３】
前記第２材料が極細繊維形成性材料ではない、請求項１に記載の方法。
【請求項４】
前記第２材料が、スクリム、スクリーン、織布、不織布、編地、スパンボンド材料、弾性材料、フィラメント、糸、繊維、またはそれらの組合せからなる群から選択される、請求項３に記載の方法。
【請求項５】
前記極細繊維形成性フィルムがミクロレイヤーフィルムである、請求項１に記載の方法。
【請求項６】
極細繊維形成性フィルムを加工する方法であって、極細繊維形成性フィルムの第１部分を極細繊維形成性フィルムの第２部分と接触させる工程と、前記第１および第２部分をミクロフィブリル化して前記第２部分の極細繊維と絡み合った前記第１部分の極細繊維を製造する工程と、を含む方法。
【請求項７】
極細繊維形成性フィルムの前記第１および第２部分が、極細繊維形成性フィルムのエッジおよび極細繊維形成性フィルムの表面からなる群から独立して選択される、請求項６に記載の方法。
【請求項８】
極細繊維形成性フィルムの前記部分が同じ断片のフィルムの異なる部分である、請求項６に記載の方法。
【請求項９】
極細繊維形成性フィルムの前記部分が別個断片の極細繊維形成性フィルムの部分である、請求項６に記載の方法。
【請求項１０】
一極細繊維形成性フィルムのエッジ部分を第２極細繊維形成性フィルムのエッジ部分と整列させる工程と、前記エッジ部分を水流交絡させて、絡んで前記エッジを連接する継ぎ目を形成する極細繊維を形成する工程と、を含む、請求項６に記載の方法。
【請求項１１】
部分がエッジ部分であり、部分が表面部分であり、前記エッジ部分の極細繊維が前記表面部分の極細繊維と絡み合うようになる、請求項６に記載の方法。
【請求項１２】
それぞれの部分が表面部分であり、表面部分の極細繊維が別の表面部分の極細繊維と絡み合うようになる、請求項６に記載の方法。
【請求項１３】
極細繊維絡合製品を形成する方法であって、極細繊維材料を第２材料と接触させる工程と、前記極細繊維材料を加工して前記極細繊維材料の極細繊維を前記第２材料と絡ませる工程と、を含む方法。
【請求項１４】
水流交絡によって前記極細繊維材料を加工する工程を含む、請求項１３に記載の方法。
【請求項１５】
極細繊維絡合製品を形成する方法であって、極細繊維形成性材料を第２材料と、撚る、編組みする、絡み合わせる、編む、ドライレイングする、ウェットレイングする、または結びつける工程と、前記極細繊維形成性材料をミクロフィブリル化して前記第２材料と絡み

合った極細繊維を製造する工程と、を含む方法。
【請求項１６】
前記第２材料が極細繊維形成性材料である、請求項１５に記載の方法。
【請求項１７】
前記第２材料が非極細繊維形成性材料である、請求項１５に記載の方法。
【請求項１８】
前記極細繊維絡合製品が、ロープ、トワイン、弦、糸、フィラメント、または繊維からなる群から選択される、請求項１５に記載の方法。
【請求項１９】
前記極細繊維絡合製品を織物代替材料に成形する工程をさらに含む、請求項１５に記載の方法。
【請求項２０】
前記織物代替材料が、不織布、織布、編材、鉤針編材、スパンボンド材料、フィラメント、糸、および繊維からなる群から選択される、請求項１５に記載の方法。
【請求項２１】
極細繊維絡合製品を形成する方法であって、極細繊維材料を第２材料と、撚る、編組みする、絡み合わせる、編む、または結びつける工程と、前記極細繊維材料を加工して前記極細繊維材料の極細繊維を前記第２材料と絡ませる工程と、を含む方法。
【請求項２２】
絡み合った極細繊維によって極細繊維形成性フィルムと第２材料とを連接する方法であって、前記極細繊維形成性フィルムを前記第２材料と接触させる工程と、水流交絡機を用いて前記極細繊維形成性フィルムをミクロフィブリル化して極細繊維形成性フィルムの極細繊維を形成し、前記極細繊維を前記第２材料と絡ませる工程と、を含む方法。
【請求項２３】
絡み合った極細繊維を用いて極細繊維材料と第２材料とを連接する方法であって、前記極細繊維材料を前記第２材料と接触させる工程と、水流交絡によって前記極細繊維材料からの極細繊維を前記第２材料と絡ませる工程と、を含む方法。
【請求項２４】
極細繊維が第２材料と絡み合った極細繊維材料を含む極細繊維絡合製品。
【請求項２５】
前記第２材料が極細繊維材料である、請求項２４に記載の製品。
【請求項２６】
それぞれが対向主表面を有する２つ以上の極細繊維フィルムを含む製品であって、一フィルムの主表面が他のフィルムの主表面と接触し、一フィルムのエッジに由来する極細繊維が別のフィルムの表面に由来する極細繊維と絡み合っている、請求項２５に記載の製品。
【請求項２７】
前記第２材料が極細繊維を含まない、請求項２４に記載の製品。
【請求項２８】
前記第２材料が、極細繊維と絡み合うことができる部品であって、繊維状部品、表面テクスチャー、および成形品からなる群から選択される部品を有する非極細繊維材料である、請求項２７に記載の製品。
【請求項２９】
前記第２材料が、スクリーン、メッシュ、スパンボンド材料、編材、織材、不織材、および繊維状材料からなる群から選択される、請求項２７に記載の製品。
【請求項３０】
前記第２材料がスクリムおよび繊維状布からなる群から選択される、請求項２７に記載の製品。
【請求項３１】
撚られている、編組みされている、結びつけられている、または絡まれている極細繊維材料と第２材料とを含む極細繊維絡合製品であって、前記極細繊維材料の極細繊維が前記第

２材料と絡み合っている製品。
【請求項３２】
スレッド、リボン、糸、弦、布、ロープ、およびトワインからなる群から選択される、請求項３１に記載の製品。
【請求項３３】
前記第２材料が羊毛、木綿、ポリエステル、レーヨン、およびそれらの組合せからなる群から選択される、請求項３１に記載の製品。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明は、極細繊維材料または極細繊維形成性材料から調製される様々な極細繊維絡合製品と、極細繊維絡合製品を調製する方法とに関する。
【背景技術】
【０００２】
様々な他のもののうちでも、ポリプロピレンのような一軸延伸フィルムをはじめとする、極細繊維表面および極細繊維－絡合製品を形成するために加工され得るポリマー材料が特定されてきた。米国特許第６，１１０，５８８号を参照のこと。かかるポリマー材料は、極細繊維表面へミクロフィブリル化できる一軸延伸フィルムを作り出すための様々な技術を用いて選択され、加工され得る。
【発明の開示】
【発明が解決しようとする課題】
【０００３】
異なるやり方で、極細繊維材料を他の極細繊維材料と組み合わせることによって、または極細繊維材料を他の非極細繊維材料と組み合わせることによって調製することができる新しい創造的な製品構築物と、かかる製品構築物を調製するための方法と、を求める要求は存在し続ける。
【０００４】
すべての描写図は、一定の率で拡大して描写されていない。
【課題を解決するための手段】
【０００５】
本発明は、極細繊維材料または極細繊維形成性材料（形成すると）の極細繊維を別の類似のまたは異類の材料（「第２材料」）と物理的に接触させ、混ぜ合わせる。すなわち、絡み合わせることによって極細繊維材料および極細繊維形成性材料から製造される極細繊維絡合製品を考えている。極細繊維材料または極細繊維形成性材料を別の材料と折り重ねる、織る、撚る、繕う、絡み合わせる、または別のやり方で接触させる、組み合わせる、もしくは組み入れることによって、異なる材料が、接触させられ、単一極細繊維絡合製品中に含まれ得る。
【０００６】
極細繊維材料は、極細繊維形成性フィルムのような極細繊維形成性材料をミクロフィブリル化することの結果であり得る。材料を組み合わせる順序は、任意の順序であり得る。先ず極細繊維形成性材料をミクロフィブリル化して極細繊維材料を形成し、次に任意の仕方で極細繊維材料を別の材料と接触させるかもしくは組み合わせて、極細繊維を絡み合わせるか、または先ず極細繊維形成性材料を別の材料と組み合わせるかもしくは接触させ、次にミクロフィブリル化して極細繊維形成と絡合との両方を生じさせる。どちらかの順序に従って、極細繊維材料の極細繊維は、第２材料の極細繊維でまたは他の部品で第２材料と絡み合う。
【０００７】
極細繊維絡合製品は、絡合製品を製造するのに使用された２種以上の材料のそれぞれからの特性の組合せを示すことができる。例えば、極細繊維絡合製品の異なる材料は、疎水性、親水性、疎油性、親油性、誘電性である１種以上の材料を含むために、剛性、柔軟性、

高もしくは低弾性、または高もしくは低強度のような一定の機械的特性、耐汚染性を示すために、高もしくは低摩擦係数のような所望の摩擦特性を与えるために、所望の色または色組合せを与えるために、所望のサイズの繊維、フィブリル、もしくは極細繊維、または極細繊維表面の所望の表面積、またはそれらの組合せを与えるために、独立して選択することができる。具体例として、一材料は、親水性表面を与えるべく選択することができるが、製品の他の部分は親油性表面を有することができる。

【０００８】

極細繊維絡合製品の異なる材料は、１つ以上の極細繊維形成性層と、極細繊維形成性層ではない１つ以上の層と、を含むために、異なる層からの特性の組合せを与えるべく選択することができる。非極細繊維形成性層は、耐汚染性もしくは耐水性のための疎水性、親水性など、または剛性、柔軟性、もしくは弾性のような機械的特性のような、一定の物理的または化学的特性を与えるべく選択することができる。例として、第２材料は、プラスチック、フルオロポリマー、硬質でその上柔軟性のゴムもしくは軟質ゴム、エラストマー、およびポリプロピレンのような極細繊維形成性ポリマー、または極細繊維と絡み合うことができる任意の他の材料であってもよい。極細繊維絡合製品は、柔軟性のまたは伸張性の極細繊維表面保持クロスの組合せ特性を有する物品を与えるために、耐水性エラストマーの特性、および極細繊維表面の特性をはじめとする特性の組合せを示してもよい。極細繊維材料と、非極細繊維材料である第２材料とから調製された極細繊維絡合製品のためには、非極細繊維形成性材料は、極細繊維材料の特性とは異なるまたはそれを補充する特性または特質を与えるべく選択されてもよい。補充特性は、極細繊維材料、極細繊維よりもサイズが大きい繊維またはフィブリルをおそらく含む繊維状テクスチャー、スクリーンもしくは表面模様付き材料、または幾つかの他のタイプの強化材のクロスウェブ方向における１つ以上の強度であるかもしれない。

【０００９】

１種以上の異なる材料を極細繊維絡合製品中へ組み入れる方法は、ほとんど無限であろう。シングルピースの極細繊維材料または極細繊維形成性材料が、それ自体上へ折り重ねられ、極細繊維を絡み合わせるためにミクロフィブリル化されてもよい。これは、例えば、交差ラップ化極細繊維絡合製品を作り出すのに使用されたフィルムに比べて多角的方向で改善された強度を有する連続の交差ラップ化極細繊維絡合製品を許すかもしれない。異なる実施形態において、極細繊維材料または極細繊維形成性材料は一緒に織られてもよいし、極細繊維は絡み合うようにされてもよい。さらに異なる実施形態において、極細繊維材料または極細繊維形成性材料は、非極細繊維材料または非極細繊維形成性材料と接触して置かれてもよいし、極細繊維は第２材料に絡ませられてもよい。

【００１０】

極細繊維絡合製品は、織物材料または織物代替材料として織物で有用であるかもしれない。極細繊維材料または極細繊維形成性材料は、スレッド、リボン、糸、弦、ロープ、トワインなどの形態で連続の極細繊維絡合製品を形成するために、任意に第２材料と、撚られる、編組みされる（ｂｒａｉｄｅｄ）、または絡み合わされる、などされてもよい。組合せ物は、極細繊維絡合材料を製造するために、例えば、極細繊維形成性フィルムをミクロフィブリル化することによって、または他の類似の処理によって、材料を極細繊維で絡み合うようにさせるために処理されてもよい。かかる極細繊維材料（例えば、連続のスレッド、リボンなど）は、スレッド、リボン、糸、弦、ロープ、またはトワインなどを製造するために加工されてもよく、縫製、製織、スティッチボンディング、製編、鉤針編みなどを含んでもよい方法を用いて、任意に他の材料と、さらに任意に加工されてもよい。極細繊維材料は、任意にこれらの用途に通常使用される他の非極細繊維材料ありまたはなしで、かかる製品中へ組み入れられてもよい。非極細繊維材料は、羊毛、木綿、セルロース系繊維、ポリオレフィン、ポリエステル、芳香族ポリアミド（ケブラー（Ｋｅｖｌａｒ）™）、またはレーヨンのような天然または合成繊維から調製された、スレッド、リボン、布、紙などを含んでもよい。

【００１１】

あるいはまた、極細繊維絡合製品は、パッド、ドレープ、クロス様ワイプ、極細繊維マット、および単一材料または特性の様々な組合せを有する２種以上の異なるタイプの材料から調製された多種多様な他のもののような様々な多表面製品構築物の任意のものとして有用である。

【００１２】

具体的な実施形態において、極細繊維形成性材料は、別の材料と組み合わせる、接触させる、または別の材料中へ組み入れられることができ、極細繊維形成性材料は、特に水流交絡によって、ミクロフィブリル化して、他の材料と絡み合うようになる極細繊維を製造することができる。これに関連して、本発明は、極細繊維形成性フィルムの一部からの極細繊維が別個の材料（本明細書では「第２材料」と言われる）と絡み合うようになるように、別の別個の材料と接触して極細繊維形成性フィルムの一部をミクロフィブリル化することを考えている。第２材料は、極細繊維材料、第１の極細繊維形成性材料と同じまたは異なる組成の極細繊維形成性材料であってもよいし、または第２材料は、極細繊維と絡ませることができる任意の他の材料であり得る。

【００１３】

本発明の一態様は、極細繊維絡合製品を形成する方法に関する。本方法は、極細繊維形成性材料を第２材料と接触させる工程と、極細繊維形成性材料をミクロフィブリル化して第２材料と絡み合される極細繊維を形成する工程と、を含む。

【００１４】

本発明の別の態様は、極細繊維形成性フィルムを加工する方法に関する。本方法は、極細繊維形成性フィルムの第１部分を極細繊維形成性フィルムの第２部分と接触させる工程と、第１および第２部分をミクロフィブリル化して、第２部分の極細繊維と絡み合った第１部分の極細繊維を製造する工程と、を含む。

【００１５】

本発明の別の態様は、極細繊維絡合製品を形成する方法に関する。本方法は、極細繊維材料を第２材料と接触させる工程と、極細繊維材料を加工して極細繊維材料の極細繊維を第２材料と絡ませる工程と、を含む。

【００１６】

本発明のさらに別の態様は、極細繊維絡合製品を形成する方法に関する。本方法は、極細繊維形成性材料を第２材料と、撚る、編組みする、絡み合わせる、編む、または結びつける工程と、極細繊維形成性材料をミクロフィブリル化して第２材料と絡み合った極細繊維を製造する工程と、を含む。

【００１７】

本発明のさらに別の態様は、極細繊維絡合製品を形成する方法に関する。本方法は、極細繊維材料を第２材料と、撚る、編組みする、絡み合わせる、編む、または結びつける工程と、極細繊維材料を加工して極細繊維材料の極細繊維を第２材料と絡ませる程と、を含む。

【００１８】

本発明のさらに別の態様は、絡み合った極細繊維によって極細繊維形成性フィルムと第２材料とを連接する方法に関する。本方法は、極細繊維形成性フィルムを第２材料と接触させる工程と、水流交絡機を用いて極細繊維形成性フィルムをミクロフィブリル化して極細繊維形成性フィルムの極細繊維を形成し、極細繊維を第２材料と絡ませる工程と、を含む。

【００１９】

本発明のその上さらに別の態様は、絡み合った極細繊維を用いて極細繊維材料と第２材料とを連接する方法に関する。本方法は、極細繊維材料を第２材料と接触させる工程と、水流交絡によって極細繊維材料からの極細繊維を第２材料と絡ませる工程と、を含む。

【００２０】

本発明のその上さらに別の態様は、極細繊維絡合製品に関する。本製品は極細繊維を第２材料と絡み合された極細繊維材料を含む。

【発明を実施するための最良の形態】
【００２１】
本発明に従って有用な極細繊維材料および極細繊維形成性材料、例えば、極細繊維形成性フィルムは、極細繊維を含む、または加工して極細繊維を形成することができる任意の材料を含む。かかる材料の幾つかのクラスが存在する。これら材料の幾つかの例およびそれらの製造の方法は、米国特許第６，１１０，５８８号、１９９９年５月７日に出願された米国特許出願第０９／３０７，５７７号、および２０００年６月２３日に出願された米国特許出願第０９／６０２，９７８号に記載されている。
【００２２】
一般に、「極細繊維形成性材料」は、極細繊維を形成して極細繊維材料になることができる、任意の材料、特にフィルムである。（「極細繊維材料」は、例えば表面に極細繊維を有する材料であり、極細繊維を含むフィルムは、本明細書では時折「極細繊維フィルム」と言われる。）極細繊維形成性材料は、典型的にはポリマー材料から製造され、機械的接触によってポリマーフィルムから極細繊維を形成させるであろう部品を含む構造またはモルフォロジを有する。フィルムの切断またはスリッティングを促進して極細繊維を形成するフィルムの特性は、ポリマー中のミクロボイド、球晶、または他の外乱；フィルムの延伸、特に単延伸（一軸延伸）；多重層であって、特にそこでは異なる層の表面での界面が多層フィルムの内部構造を弱め、そして特にそこでは層が非常薄い多層；のような構造部品；および結晶化度のようなモルフォロジを含むことができる。これらの特性は、ミクロフィブリル化させるためにフィルム中に単独で存在することができる。あるいはまた、異なる特性の２つ以上が組み合って存在することができる。異なる特性の組合せが存在する場合、１つまたは両方の特性の量または重大さは、その単一特性のみが存在する場合にミクロフィブリル化させるのに必要であろうその特性の量または重大さに比べて減らされてもよい。
【００２３】
ミクロフィブリル化を促進するかもしれない特性は、フィルムを極細繊維形成性フィルムであるようにさせるためのフィルムの製造の間にフィルム中に生み出すことができる。一般に、所望の特性および特性の組合せは、フィルムの１種以上の組成物の選択、例えば、押出中の加工条件、およびおそらく、キャスティング、急冷、アニーリング、カレンダリング、延伸、固体状態延伸、ロール－トルージョン（ｒｏｌｌ－ｔｒｕｓｉｏｎ）などのような個々の工程または工程の組合せをはじめとする、押出後の加工条件によって、ポリマーフィルム材料中に生み出すことができる。
【００２４】
ポリマーフィルムは、典型的に炭素原子の主鎖を有する長い分子鎖を含む。ポリマーの理論的強度およびポリマーフィルムの表面がミクロフィブリル化され得る容易さは、多くの場合、ランダム配向およびポリマー鎖の絡合のために実現されない。ミクロフィブリル化を促進する一方法として、ポリマー鎖は、互いに比較的より平行であって部分的に絡合を解くために、延伸することができる。分子延伸の程度は、一般に、最終長さ対元の長さの比である延伸比によって定義される。この延伸は、カレンダリングおよび長さ延伸の工程をはじめとする技術の組合せによって達成される。
【００２５】
ポリマーフィルムのまたは多層フィルムのある種のポリマー層のミクロフィブリル化は、特に幾つかのフィルムとの延伸、一軸延伸によって促進することができる。一軸延伸は、フィルムが別の方向に延伸されるよりも比較的多く一方向に長くされるまたは延伸されることを意味する。代表的な方法によって、フィルムは縦方向に延伸できるが、その幅は保持されず、フィルムは長さがより長くなり、より薄くなり、幅がより狭くなる。別の代表的な方法では、幅は一定に保持されるが、長さは延伸される。言い換えれば、比較的より大きい量の延伸を一方向、縦方向に誘発することによって、横方向でのより少ない程度の延伸に比べて、ミクロフィブリル化にとって十分な延伸が達成されるかもしれない。
【００２６】

結晶化度はまた、極細繊維を形成するフィルムの能力に影響を及ぼす。様々な半結晶質、結晶質および高度結晶質のものは、加工されて極細繊維を形成することができる。

【００２７】

極細繊維形成性フィルムを形成するためのポリマー材料の例は、キャスティングと、カレンダリング、アニーリング、延伸および再結晶のような次の処理との最適組合せによって最大化結晶化度をポリマーフィルム層中に誘発された半結晶質の溶融加工フィルムを含むことができる。ポリプロピレンについては、例として、好ましい結晶化度は、６０％よりも上、好ましくは７０％よりも上、最も好ましくは７５％よりも上であり得る。結晶化度は、示差走査熱量測定法（ＤＳＣ）および１００％結晶質ポリマーに対する外挿値との比較によって測定されてもよい。例えば、Ｂ．・ワンダーリッチ（Ｂ．Ｗｕｎｄｅｒｌｉｃｈ）著、「熱分析（Ｔｈｅｒｍａｌ　Ａｎａｌｙｓｉｓ）」、マサチューセッツ州ボストン、アカデミック・プレス（Ａｃａｄｅｍｉｃ　Ｐｒｅｓｓ，Ｂｏｓｔｏｎ，Ｍａｓｓ）、１９９０年を参照のこと。

【００２８】

フィルムはまた、ミクロフィブリル化を促進するための球晶を含有してもよい。例えば、米国特許第６，１１０，５８８号を参照のこと。多数の半結晶質ポリマーは、結晶成長の様々な段階を通して核形成に始まって、結晶化すると球晶を生み出す。球晶、通常、偏光光学顕微鏡法のような光学的技術によって一般に観察される球晶構造物は、複屈折性である。

【００２９】

「ミクロボイド」の存在はまた、例えば米国特許第６，１１０，５８８号に記載されているように、極細繊維の形成を促進することができる。ミクロボイドは、フィルム中の、またはフィルムの表面上の顕微鏡的ボイドであり、それは、フィルムが変形に順応できない時に、例えば延伸すると発生する。ロージャー・エス．・ポーター（Ｒｏｇｅｒ　Ｓ．Ｐｏｒｔｅｒ）およびリー・ホイ・ワン（Ｌｉ－Ｈｕｉ　Ｗａｎｇ）著、高分子科学雑誌－改訂（Ｊｏｕｒｎａｌ　ｏｆ　Ｍａｃｒｏｍｏｌｅｃｕｌａｒ　Ｓｃｉｅｎｃｅ－Ｒｅｖ．）Ｍａｃｒｏｍｏｌ．Ｃｈｅｍ．Ｐｈｙｓ．，Ｃ３５（１），６３－１１５（１９９５）もまた参照のこと。

【００３０】

ポリマーフィルム組成物と加工工程および加工条件との任意の好適な組合せが、ミクロフィブリル化すると極細繊維を形成するであろうフィルムを作り出すのに十分な顕微鏡的構造、例えば、結晶化度、ミクロボイド、球晶、多重層、延伸などを与えるために用いられてもよい。これらの条件は、キャスティング、急冷、アニーリング、カレンダリング、延伸、固体状態延伸、ロール－トルージョンなどの組合せを含んでもよい。

【００３１】

極細繊維形成性フィルムを調製するのに使用できる材料の幾つかの具体例は、米国特許第６，１１０，５８８号で説明されている。一般に有用であるかもしれないポリマーは、任意の溶融加工可能な結晶質、半結晶質または結晶性ポリマーである。

【００３２】

有用な半結晶質ポリマーには、高および低密度ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリオキシメチレン、ポリ（フッ化ビニリデン）、ポリ（メチルペンテン）、ポリ（エチレン－クロロトリフルオロエチレン）、ポリ（フッ化ビニル）、ポリ（エチレンオキシド）、ポリ（エチレンテレフタレート）、ポリ（ブチレンテレフタレート）、ナイロン６、ナイロン６６、ポリブテン、およびサーモトロピック液晶ポリマーが含まれる。好適なサーモトロピック液晶ポリマーの例には、溶融した時に液晶特性を示し、そして芳香族ジオール、芳香族カルボン酸、ヒドロキシカルボン酸、および他の類似のモノマーから合成することができる芳香族ポリエステルが挙げられる。典型的な例には、パラヒドロキシ安息香酸（ＰＨＢ）、テレフタル酸、およびビフェノールからなる第１タイプ；ＰＨＢおよび２，６－ヒドロキシナフトエ酸からなる第２タイプ、ならびにＰＨＢ、テレフタル酸、およびエチレングリコールからなる第３タイプが挙げられる。好ましいポリマーには、低コストで容

易に入手可能であり、高弾性率および高引張強度のようなミクロフィブリル化物品において非常に望ましい特性を与えることができるポリプロピレンおよびポリエチレンのようなポリオレフィンが含まれる。

【００３３】

好ましい半結晶質ポリマーには、高密度ポリエチレン、低密度ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリオキシメチレン、ポリ（フッ化ビニリデン）、ポリ（メチルペンテン）、ポリ（エチレン－クロロトリフルオロエチレン）、ポリ（フッ化ビニル）、ポリ（エチレンオキシド）、ポリ（エチレンテレフタレート）、ポリ（エチレンナフタレート）、ポリ（ブチレンテレフタレート）、ナイロン６１２、ナイロン６、ナイロン６６、ポリブテン、サーモトロピック液晶ポリマー、これらのポリマーの１種以上とこれらのポリマーの別のものもしくは別のポリマーとのブレンド、またはリストされたモノマーの任意のものと任意の他のリストされたモノマーもしくは異なるモノマーとから製造されたコポリマーを挙げることができる。

【００３４】

ポリマーの分子量は、ポリマーが押出または共押出で用いられる加工条件下で溶融加工可能（すなわち、押出または共押出可能）であるように選択され得る。例えば、ポリプロピレンおよびポリエチレンについては、分子量は、約５，０００～４９９，０００であってもよく、好ましくは約１００，０００～３００，０００である。

【００３５】

米国特許第６，１１０，５８８号についてさらに言及すると、それは、溶融加工フィルムに結晶化度と延伸とを与えるために加工条件の任意の好適な組合せが用いられてもよいことを記載している。溶融加工キャストフィルムから出発して、例えば、フィルムは、カレンダーされる、伸張される、延伸される、キャストされる、急冷される、アニールされる、引っ張られる、ロール－トルードされるなど、されてもよい。かかる加工は、一般に、球晶のサイズおよび数だけでなく、ポリマーフィルムの結晶性の程度を増やすのに役立つ。

【００３６】

米国特許第６，１１０，５８８号は、追加詳細を記載して、有用な極細繊維形成性フィルム、例えば、共押出多層フィルムを調製するのに用いられてもよい、材料技術および任意の加工工程の好ましい実施形態の例を列挙している。その説明は、本開示と熟練者に利用可能な知識とのバランスと一緒に、本明細書に記載されるような共押出極細繊維形成性フィルムの製造を可能にするであろう。

【００３７】

１種以上の他の極細繊維形成性材料と共に多層フィルムへ共押出できる極細繊維形成性材料の別のクラスには、２０００年６月２３に出願された、譲受人の同時係属出願米国特許出願第０９／６０２，９７８号、「フィブリル化物品および製造方法（ＦＩＢＲＩＬＬＡＴＥＤ　ＡＲＴＩＣＬＥ　ＡＮＤ　ＭＥＴＨＯＤ　ＯＦ　ＭＡＫＩＮＧ）」に記載される極細繊維形成性材料が含まれる。この特許出願は、高溶融強度ポリプロピレンと発泡剤とを含む発泡性混合物を押し出して少なくとも１方向に延伸することによって調製された高溶融強度ポリプロピレンフォームを記載している。

【００３８】

高溶融強度ポリプロピレンは、５０重量％以上、好ましくは少なくとも７０重量％のプロピレンモノマー単位を含有するホモポリマーおよびコポリマーを含み、１９０℃で２５～６０ｃＮの範囲の溶融強度を有する。溶融強度は、外延流動計を用いて、４１．９ｍｍの長さを有する２．１ｍｍ直径毛細管を通してポリマーを１９０℃で０．０３０ｃｃ／秒の速度で押し出すことによって測定されてもよく、次にストランドは、力を測定する間、一定速度で延伸される。好ましくはポリプロピレンの溶融強度は、ＷＯ　９９／６１５２０に記載されているように、３０～５５ｃＮの範囲にある。

【００３９】

発泡性ポリプロピレンは、プロピレンホモポリマーからなってもよいし、または５０重量

パーセント以上のプロピレンモノマー含有率を有するコポリマーからなってもよい。さらに、発泡性ポリプロピレンは、プロピレンホモポリマーまたはコポリマーとプロピレンホモポリマーまたはコポリマー以外のホモポリマーまたはコポリマーとの混合物またはブレンドからなってもよい。

【００４０】

物理発泡剤および化学発泡剤をはじめとする、様々な発泡剤が使用されてもよい。発泡性ポリマー混合物中へ組み入れられる発泡剤の量は、密度低下、すなわち、［１－（フォームの密度対ニートポリマーの密度の比）］×１００によって測定されるように、１０％を上回って、そして２０％さえも上回ってボイド含有率を有するフォームを生じるべく、選ぶことができる。一般に、これらのより大きいフォームボイド含有率はミクロフィブリル化を高めることができ、ミクロフィブリル化表面のより大きな収率を生み出すことができる。

【００４１】

フィルムからの極細繊維形成を促進するために、フィルム（すなわち、そのポリマー鎖）は、少なくとも１つの主軸に沿って延伸されてもよい。延伸条件は、ポリマーの結晶化度とフォームのボイド体積とを増やすのに好適であり得る。延伸されたフォームは、延伸された非発泡フィルムと比べた時に比較的低いボイド含有率でさえも容易にミクロフィブリル化され、非発泡フィルムと比べてより低い全延伸率で容易にフィブリル化されることが分かった。言い換えれば、フォームフィルムは、ミクロフィブリル化を達成するために、非フォームフィルムほど高度に延伸される必要はない。

【００４２】

フォームは、ポリマーのアルファ転移温度より上の、そして融点よりも下の温度で伸張することによって延伸されてもよい。フォームは、３～５０の範囲の好ましい全延伸率まで一方向または両方向に延伸されてもよい。より大きな延伸は、小さな気泡径のフォームを用いて達成可能であり、１００マイクロメートルよりも大きい気泡径を有するフォームは、２０倍よりも大きく容易には延伸されないが、５０マイクロメートル以下の気泡径を有するフォームは５０倍の全延伸比まで延伸されてもよい。

【００４３】

単層ポリマーフィルム、多層ポリマーフィルム、およびミクロレイヤーフィルムをはじめとする、ポリマーフィルムを作り出す方法は、ポリマー材料およびフィルム加工の技術では周知であり、まさに記載されたもののような材料は、それらの材料を含む極細繊維形成性フィルムを作り出すためのそれらの方法中へ組み入れることができる。有用な技術の例には、押出、共押出、積層、およびフィルムを加工する他の公知の方法が挙げられる。フィルムを作り出すのに有用な装置はまた、それらの幾つかが本明細書で述べられるフィルムおよびフィルム加工の技術において公知の様々な他のものの中で、押出機、多孔ダイ押出機、積層機をはじめとして、普通の当業者には明らかであろう。

【００４４】

キャスティング、急冷、アニーリング、カレンダリング、延伸、固体状態延伸、ロール－トルージョンなどのようなフィルム向け後加工技術もまた、ポリマーフィルムの技術において周知である。これらの技術、好適な装置、および本開示を用いて、熟練者は、本発明に従って極細繊維形成性フィルムおよび極細繊維絡合製品をどのようにして調製するかを理解することができるであろう。

【００４５】

極細繊維絡合製品を作り出すために本発明に従って使用することができる別のタイプの極細繊維形成性フィルムには、時折「ミクロレイヤーフィルム」と言われるそれらの多層フィルムが含まれる。ミクロレイヤーフィルムは、ポリマーフィルムの技術では公知であり、それらの光学特性については周知である。ミクロレイヤーフィルム構築物の例およびミクロレイヤーフィルムを調製する方法（およびそれらの用途とそれらの動作の原理とについての幾らかの説明）は、例えば、次の米国特許：米国特許第５，２６９，９９５号、同第６，１２４，９７１号、および同第６，１０１，０３２号に記載されている。これとと

もに同じ日に出願された「ミクロレイヤー基材からの極細繊維フィルムおよび物品（Ｍｉｃｒｏｆｉｂｅｒ　Ｆｉｌｍｓ　ａｎｄ　Ａｒｔｉｃｌｅｓ　ｆｒｏｍ　Ｍｉｃｒｏｌａｙｅｒ　Ｓｕｂｓｔｒａｔｅｓ）」という表題の譲受人の同時係属米国特許出願第０９／８５８，２５３号もまた参照のこと。

【００４６】

ミクロレイヤーフィルムの構築物は、一般に理解され、特殊光学特性について知られている。本発明において有用なミクロレイヤーフィルムは、構造および調製の方法において類似であるが、選択された光学特性をフィルムに与えることとは対照的に、フィルムから極細繊維を形成するという考え方で調製される。

【００４７】

ミクロレイヤーフィルムは、非常に小さな、好ましくは極端に小さな厚さを有する、１種または異なるポリマー、コポリマー、またはポリマーの混合物の多重（好ましくは非常に多数の）層のスタックを形成するために、共押出された多種多様なポリマー材料から作り出すことができる。

【００４８】

総フィルムおよびミクロレイヤーフィルムの個々の層の厚さは、ミクロフィブリル化を許すであろう任意の厚さであり得る。これらの厚さ値のそれぞれは、共押出法を用いてキャストできる層の総最大数、かかる層の最大厚さ、およびキャストされ得るが、さらに加工され得る、例えばカレンダーされ得るかのとちらかの共押出フィルムの総厚さのような、加工考察に基づいた実用上の制限を有するかもしれない。

【００４９】

ミクロレイヤーフィルムは、単一のポリマー、コポリマー、または２種以上のポリマーまたはコポリマーの混合物であってもよい、同じ、類似の、または任意の数の異なるポリマー組成物の数十、数百、数千、または数万の層を含むことができる。スタックの部分としてポリマーまたはコポリマーを選ぶための理由は、他の因子の中でも、スタックの異なる層の所望の特性（例えば、疎水性、疎油性など）と、いかにそれらの特性がスタックの他の層に関係するかと、異なるタイプの材料の極細繊維を形成する能力とに特に関する様々な因子に依存し得る。例えば、２種またはより多数種のポリマー材料のミクロレイヤーは、ミクロフィブリル化されて単一極細繊維表面上に任意の数の異なるポリマーおよび特性の極細繊維を生じさせることができるミクロレイヤーフィルムを得るために、シングルミクロレイヤースタック中に含まれ得る。

【００５０】

ミクロレイヤーフィルムは、スタック中で層が存在するほど多数の材料を含有することができる。製造の容易さのために、好ましいスタックは、たったの２～３の異なる材料、またはたったの１つもしくは２つの材料を含有してもよい。

【００５１】

極細繊維形成性ミクロレイヤーフィルムの層に有用なポリマー材料の例には、ポリエチレンナフタレート（ＰＥＮ）；ポリエチレンテレフタレート（ＰＥＴ）のようなポリエステル；９０／１０Ｃｏ－ＰＥＮのようなＰＥＮの非晶質コポリエステル、コポリマー；ＰＥＴＧガラス質ＰＥＴ；ポリメチル（メタ）アクリレートおよびそれらのコポリマー；ポリプロピレン；ポリスチレン、アタクチックポリスチレン、ポリエチレン、ポリプロピレンマトリックス中の完全飽和エチレン／プロピレンゴム、メタロセンポリ（アルファ－オレフィン）エチレン－プロピレン、ポリプロピレン中のエチレン酢酸ビニル、ポリプロピレン中のマレイン酸グラフトポリプロピレンなどのようなポリマー材料を挙げることができる。

【００５２】

ある種の極細繊維絡合製品構築物において、延伸されたミクロフィブリル化ミクロレイヤーフィルムは、好都合にも異なるポリマー材料から構成された繊維を含有してもよい。これは、ミクロレイヤーフィルムから調製された極細繊維材料の異なる個々の極細繊維が、例えばミクロレイヤーフィルムの異なる層に由来する異なる材料から製造されてもよいこ

とを意味することができる。これはまた、単一極細繊維がポリマー材料のブレンドまたは混合物から製造されたシングルミクロレイヤーからの２種以上の材料から製造されてもよいことを意味するかもしれない。好ましくは、極細繊維を構成する材料は、各層が同じ組成または異なる組成を有するミクロレイヤーフィルムの２つ以上の異なる層に由来することができる。

【００５３】

ある種のミクロレイヤーフィルムは、１つ以上の層を極細繊維形成性層にならせるために延伸、特に一軸延伸することができる。

【００５４】

ミクロレイヤーフィルムは、熟練者には一般に知られている共押出技術および装置を用いて作り出すことができる。一般に、共押出法によれば、１つまたは多数の異なる溶融加工可能な材料の多重流れが分割されてモジュール式供給ブロックを通って流れ、多重流れはさらにサブ流れに分割され、そして複合流れに再び組み合わせられ、複合流れは押出ダイを通過して、それぞれの非常に薄い層が隣接する層の主表面に略平行である多層フィルムを形成する。

【００５５】

フィルム中の層の数は、フィルム厚さ、柔軟性および経済性の理由のために典型的には最小数の層を用いて、所望のミクロフィブリル化特性を達成するべく選択することができる。例えば４０，０００層以上までのより多くの層を有するフィルムもまた有用ではあるが、有用なフィルムは典型的には１０，０００よりも少ない層、より好ましくは５，０００よりも少ない、さらにより好ましくは２，０００または１，０００よりも少ない層を有することができる。

【００５６】

押出後の、しかし延伸またはカレンダリングのような任意の押出後加工の前のキャストフィルムの典型的な総厚さは、約５ミル（１２７μｍ）～約４００ミル（１０，１６０μｍ）、例えば、約１０ミル（２５４μｍ）～約４００ミル（１０，１６０μｍ）、例えば、１０～１００ミル（２５４μｍ～２，５４０μｍ）の範囲にあることができ、約３０ミル（７６２μｍ）～約６５ミル（１，６５１μｍ）が時折好ましい。押し出された時の、カレンダリングおよび延伸のような次の加工前の、ミクロレイヤーフィルムの典型的な層の厚さは、任意の厚さ、一般には約２ミクロン～約１０，０００ミクロンであることができ、典型的な厚さは、おおよそ約２ミクロン～約１００ミクロンの範囲にある。

【００５７】

ミクロレイヤーフィルムのミクロフィブリル化を達成する能力は、層の組成、層の数および各層の厚さ、ならびにフィルムを調製するために用いられた加工条件によって左右され得る。伸張によって延伸することができる有機ポリマーの場合には、フィルムは、押し出して、選択された温度で伸張により延伸し、任意に引き続き選択された温度でヒートセットすることによって一般に調製される。あるいはまた、押出および延伸工程は同時に行われてもよい。ミクロレイヤーフィルムのミクロフィブリル化はフィルムを実質的に一方向に延伸すること（単軸延伸または一軸延伸）によって達成できることが分かった。３：１以上の一軸延伸が典型的に有用である。

【００５８】

本発明は、物理的に混ぜ合わされた、例えば、１種以上の別の極細繊維材料、別の極細繊維形成性材料と、または別の類似のもしくは異類の、例えば、非極細繊維形成性材料と接触した、極細繊維材料または極細繊維形成性材料を含む極細繊維絡合製品を考えている。材料の組合せは、異なる個々の材料の特性に基づいた特性の組合せを示すべく選ぶことができる。

【００５９】

極細繊維絡合製品の材料（極細繊維材料、極細繊維形成性材料、または非極細繊維もしくは非極細繊維形成性材料）は、極細繊維形成性材料がミクロフィブリル化される前またはされた後のどちらか任意の時に接触させるおよび／または組み合わせることができる。絡

み合った極細繊維は、極細繊維材料（極細繊維を形成するために前もってミクロフィブリル化された）を第２材料（極細繊維材料、極細繊維形成性材料、または非極細繊維形成性もしくは非極細繊維材料）と組み合わせるまたは混ぜ合わせて、次に極細繊維を第２材料と絡み合うようにならせることによって達成することができる。または、極細繊維形成性材料は、任意のかかる第２材料と組み合わせるまたは接触させ、極細繊維形成性材料のミクロフィブリル化がそれに続いて極細繊維を生じさせ、極細繊維を第２材料と絡ませることができる。

【００６０】

本発明は、第２材料と絡み合った極細繊維材料の極細繊維を含む極細繊維絡合製品に関する。第２材料は、極細繊維材料（極細繊維を含む任意の材料）または極細繊維材料からの極細繊維が絡み合うようになることができる部品、成形品、表面またはテクスチャーを有する異なる材料であり得る。

【００６１】

本発明は、多種多様な異なる製品形態を作り出すのに有用であり得るものであり、その２，３が次のように記載される。

【００６２】

極細繊維絡合製品の一タイプは、極細繊維材料からの極細繊維が、同じ断片の極細繊維材料からのものまたは別個の断片の極細繊維材料からのものであってもよい、他の極細繊維と絡み合っている極細繊維絡合製品のクラスである。この実施形態において、第２材料はそれ自体極細繊維材料であり、２つの極細繊維材料（それらが同じ断片であろうと２つの異なる断片であろうと）のそれぞれからの極細繊維は、絡み合うようになって極細繊維絡合製品を作り出す。「第２材料」の極細繊維材料は、第１極細繊維材料からのものと同じであり得る、またはそれとは異なり得る。言い換えれば、極細繊維絡合製品は、異なる、類似の、または同一の極細繊維材料であってもよい２種の極細繊維材料から調製することができる。

【００６３】

かかる極細繊維絡合製品を作り出すために、極細繊維形成性材料の部分は、極細繊維形成性材料の異なる部分と接触させることができる。極細繊維形成性材料の異なる部分は、ミクロフィブリル化されて、各部分上に極細繊維を生じさせることができ、異なる部分からの極細繊維が互いに絡み合うようになって、極細繊維絡合製品を作り出す。

【００６４】

極細繊維形成性材料の異なる部分は、エッジ部分または表面部分をはじめとする、極細繊維形成性材料、例えば極細繊維形成性フィルムの任意の部分であり得る。他の箇所で議論されるように、ならびに例えば図１から３およびその他に例示されるように、それらのそれぞれの極細繊維によって絡み合うようになる極細繊維形成性材料の異なる部分は、シングルピースの極細繊維形成性材料の部分であることができ（例えば、図１を参照のこと）、または別個断片の極細繊維形成性材料の部分であり得る（例えば、図３を参照のこと）。

【００６５】

本発明の有用な態様には、絡み合った極細繊維を用いて極細繊維材料の異なる部分を一緒に連接する能力が含まれる。極細繊維材料のエッジ部分は、絡み合った極細繊維を用いて、別の極細繊維材料のエッジまたは表面と、例えば、物理的に連接される、接合される、連結される、縫い合わされる、または結ばれるようになるために連接されて「継ぎ目」を形成することができる。例えば、図１、２、３、２２、２３、および２４を参照のこと。

【００６６】

驚くべきことに、かかる継ぎ目の強度は、スティッチボンディングまたは接着剤のような追加の結合剤または結合技術を用いることなしでさえ、絡み合った極細繊維を基準にして、極細繊維材料の本体部分の強度と実質的に同じほど強いものであり得る。また、極細繊維絡合製品の好ましい実施形態において、極細繊維材料の部分を連接する継ぎ目、特に２つのエッジを連接する継ぎ目は、極細繊維絡合製品の本体と非常にうまく混ざり合うこと

ができる。かかる継ぎ目は、肉眼で、顕微鏡法（すなわち、ＳＥＭ）によって、または引張試験よって視覚的に検出することが非常に困難であり得る（例えば、継ぎ目は、本体極細繊維フィルムの少なくとも７５％または９０％ほどの強度であるかもしれない）。

【００６７】

図２は、絡み合った極細繊維で接合された極細繊維材料のエッジに関する本発明の製品および方法の簡略化された説明を例示する。図２は、それぞれ、エッジ部分１４および１６を含む極細繊維材料８および極細繊維材料１０のセグメントを示す。図はまた、幾らかが極細繊維材料８のセグメントに由来し、幾らかが極細繊維材料１０のセグメントに由来する極細繊維１２を集合的に識別している。本発明によれば、極細繊維は絡み合って、エッジ１４および１６を機械的に連接または連結して、継ぎ目を形成する。図２１、２２、および２３を参照のこと。

【００６８】

極細繊維材料の表面は、また、絡み合った極細繊維で連接または接合することができる。こうして、極細繊維絡合製品は、２表面を連接するために絡み合っている極細繊維材料の表面の極細繊維で形成され得る。かかる極細繊維絡合製品は、例えば、極細繊維形成性材料の２表面を接触させ、表面をミクロフィブリル化してそれぞれの表面に、互いに絡み合う極細繊維を形成させることによって調製されてもよい。

【００６９】

極細繊維材料は、同じまたは異なる極細繊維材料であり得る、例えば、異なる材料に由来する特性の組合せを有する製品を作り出すために、極細繊維絡合製品は、２種以上の異なる材料、例えば２種以上の異なる極細繊維材料を組み合わせ、絡み合わせることによって形成されてもよい。

【００７０】

ミクロフィブリル化および絡合は、異なる工程および異なる方法もしくは装置を用いて別々に成し遂げることができ、または、ほぼ同時にもしくは同時に成し遂げることができる。絡み合った極細繊維表面を有する極細繊維絡合製品を作り出すために、ミクロフィブリル化または別個の絡合工程は、極細繊維形成性フィルムの少なくとも一部分の端から端まで十分に、および第１部分と接触している別の極細繊維形成性材料中へ少なくとも部分的にミクロフィブリル化して、各表面で絡み合った極細繊維を生じさせてもよい。極細繊維形成性材料は、第１極細繊維形成性フィルムと接触している第２極細繊維形成性フィルムの少なくとも表面のフィブリル化を許すために、一極細繊維形成性フィルムのフル厚さを通してミクロフィブリル化することができる。また任意に、方法は、絡み合った極細繊維付きの２つの極細繊維表面を作り出すために、一フィルムを途中ずっと通って一側面から表面へおよび第２フィルムを通ってミクロフィブリル化することによって、または接触した極細繊維形成性フィルムの両側面からフィルムの中間に向けてミクロフィブリル化することによってのどちらかで、２種以上の極細繊維形成性フィルムを通してミクロフィブリル化することができる。一般に、ミクロフィブリル化の程度は、絡み合うようになる、フィルムのそれぞれからの極細繊維を生じさせるのに十分であるかもしれない。

【００７１】

図４は、極細繊維材料の極細繊維絡合表面を一般的に例示する。図４について言及すると、極細繊維絡合表面を一緒に含む、互いに接触している表面で配置された極細繊維材料８と極細繊維材料１０とを含む極細繊維絡合製品７が示されている。上部の層８のカットオフのエリアを見ると、極細繊維材料１０は、極細繊維材料８の極細繊維表面２４と接触している極細繊維表面２２を有する。このエリアでは、極細繊維材料８はミクロフィブリル化されて極細繊維材料８から極細繊維を生じさせ、さらに、極細繊維材料８は完全に端から端までミクロフィブリル化され、その結果、極細繊維が極細繊維材料１０の極細繊維表面２４上に生じた。その結果として、極細繊維表面２６が極細繊維絡合製品７の表面で形成され、ここでは、極細繊維表面２６は極細繊維材料８および１０の両方からの極細繊維を含む。任意に、極細繊維材料１０はまた、完全に端から端までミクロフィブリル化されて、極細繊維材料１０の極細繊維を含み、かつ、任意にさらに極細繊維材料８からの極細

繊維を含む、極細繊維材料１０の他の（底部）表面に極細繊維表面（示されていない）を作り出すかもしれない。

【００７２】

図５は、極細繊維絡合表面２６（図４に例示されたような）を含み、さらに極細繊維絡合エッジ２９を含む極細繊維絡合製品の関連実施形態を例示する。図４のように、極細繊維絡合製品７ａは、極細繊維材料８と１０との間に極細繊維絡合表面を含む。さらに、図５は、それぞれ、極細繊維材料８および１０のエッジ２８および３０を有する極細繊維絡合製品７ａを示す。これらのエッジは、エッジで、すなわち、極細繊維絡合エッジ２９で極細繊維材料を連接するために互いに絡み合った極細繊維を含む。全体的な極細繊維絡合製品は、ミクロフィブリル化されたエッジおよび表面を実質的に完全に、任意に、極細繊維材料８および１０の両方の全表面積の端から端までおよび全エッジで極細繊維材料を実質的に完全に含むことができた。

【００７３】

図４および５の極細繊維絡合製品の変形において、極細繊維絡合物品は、極細繊維絡合表面（図４および５に示されるような）を含むことができ、図５に示されるような極細繊維絡合エッジの代わりに極細繊維材料のエッジ部分と極細繊維材料の表面部分との間に極細繊維絡合界面を含むことができた。図６は、極細繊維絡合表面２６を含み、さらに表面３１とエッジ２８との間に極細繊維絡合界面を含む極細繊維絡合製品９を例示する。図４のように、極細繊維絡合製品９は、極細繊維材料８と１０との間に極細繊維絡合表面を含む。さらに、図６は、それぞれ、極細繊維材料８および１０のエッジ２８および表面３１を有する極細繊維絡合製品９を示す。エッジ２８および表面３１は、エッジ２８と表面３１との間の界面に沿って極細繊維材料を連接するための互いに絡み合った極細繊維を含む。全体的な極細繊維絡合製品は、ミクロフィブリル化されたエッジおよび表面を実質的に完全に、任意に、極細繊維材料８および１０の両方の全表面積の端から端までおよび全エッジで極細繊維材料を実質的に完全に含むことができた。これらのようなエッジおよび表面は、例えば、図７および８の物品のような、交差ラッピングまたは製織を含む本発明の実施形態において存在してもよい。

【００７４】

図３、４、または５の上の極細繊維絡合界面のどちらもが、材料の異なる部（すなわち、異なるエッジ部分または表面部）と接触するように折り重ねられたシングルピースの極細繊維材料で、または異なる極細繊維材料のエッジ部分と表面部分との異なる組合物と接触するように配置構成されている（ｃｏｎｆｉｇｕｒｅｄ）２つ以上の断片の極細繊維材料で作り出すことができる。

【００７５】

次に述べるものは、どのようにしてシングルピースの極細繊維材料が折り重ねられ、または別のやり方で配置構成されて、極細繊維絡合製品の代表的な実施形態を作り出し得るかの２～３の例である。

【００７６】

一般に、いかなるタイプの極細繊維絡合界面も、異なる表面およびエッジからの極細繊維が絡み合った、エッジ－エッジ接触、表面－表面接触、または表面－エッジ接触を生じさせるために、輪にされている、折り重ねられている、または別のやり方で配置構成されているシングルピースの極細繊維材料から構築することができた。極細繊維形成性フィルムは、極細繊維材料の異なる部分、すなわち、表面およびエッジの異なる組合せを接触させるための任意のやり方で配置構成されてもよく、次に極細繊維形成性フィルムは、ミクロフィブリル化して絡み合った極細繊維を生じさせることができる。または、極細繊維材料は、表面およびエッジの異なる組合せを接触させるために配置構成されてもよく、次に極細繊維材料は、極細繊維を絡み合わせるために、処理、例えば水流交絡されてもよい。

【００７７】

本発明の特定の実施形態において、シングルピースの極細繊維材料のエッジは、絡み合った極細繊維で連接することができる。理解されるように、シングルピースの極細繊維材料

の異なるエッジを連接すると、様々な製品構造をもたらすことができる。かかる極細繊維絡合製品は、例えば、単一極細繊維形成性フィルムのエッジ部分を接触させ、異なるエッジ部分からの極細繊維が絡み合うようになるように、エッジ部分をミクロフィブリル化して、それぞれのエッジ部分から極細繊維を形成することによって作り出すことができる。

【００７８】

かかる極細繊維絡合製品の例は、絡み合った極細繊維によって極細繊維材料のエッジに沿って連接されたシングルピースの極細繊維材料である。これは、「第２材料」と言われるものが極細繊維材料である例であり、事実、この場合「第２材料」は、実際にまさしく同じ極細繊維材料の異なるエッジ（あるいはまたエリアまたは表面）である。

【００７９】

図１は、異なるエッジの極細繊維が継ぎ目４で接触するように輪にされた、シングルピースの極細繊維材料６である極細繊維絡合製品を示す。

【００８０】

この図および説明から理解されるように、極細繊維形成性フィルムは、異なる形状のものであることができ、またはエッジを連接して、より長いチューブもしくはシリンダー、錘、または平たいもしくは曲線状の極細繊維形成性フィルムから出発して作り出すことができる任意の他の所望の成形品または２もしくは３次元形態のような、様々な他のタイプの３次元製品を作り出すべき任意の他の配置で曲線状にするもしくは折り重ねることができよう。

【００８１】

図１の簡単な輪状構造とは対照的に、シングルピースの極細繊維材料は、比較的より複雑なパターンの折り重なりを用いて、様々な他の極細繊維絡合製品に成形することができる。

【００８２】

一例は交差ラップ化極細繊維絡合製品である。背景として、極細繊維材料は、一方向に、例えば、「縦」方向に所望の強度を有するかもしれないが、「横」方向にはより小さい強度を有する。極細繊維材料の折り重ねまたはラッピングは、一方向を向いた強度の方向（縦方向）を有する極細繊維材料のエリアが、少なくともわずかに異なる方向に強度の方向を有する同じ極細繊維材料のエリアと接触するように行うことができる。言い換えれば、極細繊維絡合表面は、異なる方向に、好ましくは実質的に垂直の方向に強度を示すべく材料の部分を接触させ、すべての方向に良好な強度を持った最終極細繊維絡合製品構築物を与えるために折り重ねることができる。

【００８３】

例として、シングルピースの連続極細繊維絡合材料は、折り重ねられた、例えば、１つ以上のそのエッジおよび表面界面で絡み合った極細繊維を有する交差ラップ化極細繊維材料を含むことができる。

【００８４】

交差ラップ化極細繊維絡合製品は、フィルムの少なくとも１つのエッジ部分が、同じフィルムの少なくとも１つの表面と接触するように、単一の、好ましくは連続の極細繊維形成性フィルムを折り重ねることによって調製することができる。典型的には、連続エッジ部分は表面部分と連続的に接触するであろう。好ましくは、表面部分は、極細繊維絡合製品に改善された強度を与えるようなやり方で、例えば、横方向の極細繊維形成性フィルムが縦方向の極細繊維形成性フィルムと重なり合うように垂直のやり方で、他の表面部分と接触するであろう。用語「交差－ラッピング」は、同業者には理解されるであろう。交差－ラッピングを説明する一手段は、それ自体の上に連続フィルムを繰り返し折り重ねるまたはラップして、フィルム表面部分とフィルムエッジ部分との間に多重界面を作り出す方法としてである。本方法は、ある厚さおよび幅の単一連続極細繊維形成性フィルムを単一のより幅広い、より厚い長さのフィルムに折り重ねるために使用される。例えば、幅１１の交差ラップ化極細繊維絡合製品１３（極細繊維は図７では具体的に示されていない）を形成するために、折り重ねられたスパイラルへそれ自体の上に繰り返しラップされている、

幅５の極細繊維形成性フィルム８の単一連続フィルムを示す、図７および図１２を参照のこと。極細繊維形成性フィルム８のエッジ１５は、規則的な繰り返し様式でフィルムの表面と接触している。どちらの図にも示されていない、交差ラップ化フィルムの異なる実施形態は、スパイラルを作り出すことなく折り重ねることによって、すなわち、折り重ねが輪を作ってスパイラルを形成しないように同じ方向にそれぞれを折り重ねさせることによって調製することができる。どちらかの交差ラップ化物品の好ましい実施形態において、折り重ねは、フィルムの厚さの２倍である一様な厚さの折り重ね材料を与えるために行うことができる。

【００８５】

図７のような交差ラップされている極細繊維フィルムは、例えば、図６に例示された極細繊維界面と類似した、極細繊維フィルムの異なる部分からの極細繊維を絡み合うようにならせるために処理することができる。同様に、図７または１２のように折り重ねられた交差ラップ化極細繊維形成性フィルムは、１つ以上の界面で、すなわち、１つ以上のエッジ－表面および表面－表面界面でミクロフィブリル化して、先ず、極細繊維を形成し、極細繊維を絡み合わせて、図６に示されるような極細繊維界面を形成することができる。また、極細繊維の製造および／または例えば、水流交絡による絡合の後、連続エッジ１５と連続エッジ１５と接触する表面との間の界面は、視覚的に検出するのが困難である継ぎ目であろう。図１２の交差ラップ化フィルムをミクロフィブリル化することにより作り出されたミクロ絡合物品を示す、図１３を参照のこと。

【００８６】

次は、どのようにして２種以上のタイプのまたは異なる断片の極細繊維材料は、様々な極細繊維絡合製品を形成するために、一緒に使用され得るか、例えば、一緒に織られる、撚られる、巻かれる、折り重ねられる、絡み合わされる、編組みされることができるか、など、または別のやり方で互いの仲へ組み入れられかもしくは互いに配置構成され得るかの例である。

【００８７】

一般に、任意のタイプの極細繊維絡合界面は、エッジ－エッジ接触、表面－表面接触、表面－エッジ接触、または極細繊維材料の異なる部分からの極細繊維の絡合を許す任意の他の接触を生じさせるために置かれた２つ以上の断片の極細繊維材料から構築することができる。

【００８８】

極細繊維材料は、同じ、類似の、または全く異なる組成物を有することができる。かかる極細繊維絡合製品を作り出すために、２種以上の極細繊維材料または極細繊維形成性フィルムは、極細繊維材料または極細繊維形成性フィルムの異なる部分、すなわち、表面およびエッジの異なる組合せを接触させる任意のやり方で配置構成されてもよく、次に極細繊維を絡み合わせることができ、または極細繊維を形成させて絡み合わせることができる。

【００８９】

本発明のこの態様は、様々な有用な極細繊維絡合製品を作り出すのに有用であり得る。

【００９０】

例えば、２つまたは任意に３つ以上の多数の断片の、同じまたは異なる極細繊維フィルムまたは極細繊維形成性フィルムは、エッジに沿って連接されて、極細繊維絡合エッジを持った連続の延長極細繊維フィルムを作り出すことができる。言い換えれば、極細繊維絡合製品は、極細繊維絡合継ぎ目によって連接された、比較的長いまたは極めて長い長さもしくは幅、または両方の材料の連続ウェブであってもよい。好都合にも、継ぎ目は、視覚的に検出するのが非常に困難であることができ、極細繊維材料の本体の強度と実質的に似ている強度を示すことができる。かかる極細繊維絡合製品を作り出す方法は、先ず別個の極細繊維形成性フィルムのエッジ部分を整列または隣接させる工程と、それぞれのエッジ部分に由来する極細繊維が絡み合うようになるように、エッジ部分をミクロフィブリル化してそれぞれのエッジに極細繊維を形成する工程と、を含むことができる。あるいはまた、極細繊維フィルムのエッジは、整列または隣接させられ、次に異なるエッジからの極細繊

維に絡み合わせるために処理することができる。

【００９１】

図３は、連接された極細繊維材料のウェブを例示する。図３は、比較的より大きい長さ対幅の一連の極細繊維材料フィルム１８を示す。各ウェブのエッジは、極細繊維絡合継ぎ目２０によって連接されている。この方法で、理論的にエンドレス系のウェブ１８が接合されて、理論的にエンドレス長さの連続の、事実上継ぎ目のないウェブを作り出すことができた。平行で連続の継ぎ目のないウェブは、それらの長さ方向のエッジに沿って接合され、増倍幅のフィルムを作り出すことができる。

【００９２】

かかる極細繊維絡合製品の異なる例は、織られた極細繊維絡合製品である。折り重ねられたまたは交差ラップされた極細繊維絡合製品でのように、織られた極細繊維絡合製品は、極細繊維材料の指向性強度、すなわち、「縦」方向対「横」方向における極細繊維材料の強度の相対差を利用することができる。少なくともわずかに異なる方向に、好ましくは垂直方向に強度の方向を有する極細繊維材料のエリアと接触する一方向に向けられた強度の方向（縦方向）を有する極細繊維材料のエリアが、すべての方向に強度を持った最終極細繊維絡合製品構築物を与えることができるように、製織は、極細繊維材料の断片を分離する。

【００９３】

図８は、極細繊維材料のストリップが十字パターンに一緒に織られた織極細繊維絡合製品例示する（図１０もまた参照のこと）。かかるパターンと極細繊維材料をこのパターンへ成形する方法とはよく知られており、熟練者には明らかであろう。織られた極細繊維材料のエッジ部分に由来する極細繊維は、表面部分に由来する極細繊維と絡み合うことができる。任意に、表面部分に由来する極細繊維はまた、他の表面部分に由来する極細繊維と絡み合ってもよい。全体的に、極細繊維絡合界面は、図６の極細繊維絡合エッジ－表面界面のように見えるかもしれない。図１０は水流交絡前の織られた構築物を示し、図１１は水流交絡後の織られた構築物を示す。写真は、織られた水流交絡物品が物品の本体に溶け込んでいる、その結果検出するのが困難である継ぎ目を有し得ること、および水絡み合せ製品が略一様な外観を示し得ることを示している。他の所で述べられるように、十字パターンは、全体製品に横方向の強度を与える。

【００９４】

折り重ねる、ラップする、交差ラップする、織ることなどに加えて、極細繊維絡合製品は、布、織物、または衣料技術で利用可能なまたは有用なものをはじめとする多種多様な構造物の任意の他のものへ成形することができる。従って、極細繊維絡合製品構築物は、織物代替用途で有用である製品を含んでもよい。かかる製品は、極細繊維材料または極細繊維形成性材料を撚る、編組みする、または絡み合わせて絡合を生じさせる工程の１つまたは組合せによって調製することができる。これらのタイプの加工工程は、かかる方法によって通常形成されるであろう製品構築物へ、極細繊維材料であってもなくてもよい第２材料と絡み合う極細繊維を有する極細繊維材料または極細繊維形成性材料を形成するために用いることができる。有用な製品構築物の例には、ロープ、トワイン、弦、糸、他の延長繊維状材料など、および最後に、織布もしくは不織布、編材もしくは鉤針編材または品目のような、これらの材料から製造された製品が挙げられるかもしれない。

【００９５】

どのようにしてこれが成し遂げられてもよいかの例として、極細繊維形成性フィルムまたは（先にミクロフィブリル化された）極細繊維フィルムは、好ましくは比較的狭い幅の連続リボンへスリットされてもよい。リボンは、任意に第２材料と組み合わせて、撚られて、編組みされて、編まれて、結びつけられて、または絡み合わされてなどされて、スレッド、リボン、糸、弦、ロープ、トワインなどの形態の任意に連続極細繊維材料を形成してもよい。極細繊維絡合製品、任意にまた連続であるものを作り出すために、例えば、極細繊維形成性フィルムをミクロフィブリル化することによって、または他の同様な処理によって、材料を極細繊維で絡み合わせるべく組合せ物が処理されてもよい。

【００９６】
かかる、生じた連続極細繊維材料（例えば、スレッド、リボンなど）は、スレッド、リボン、糸、弦、ロープ、またはトワインなどを典型的に組み入れる通常用途において、通常の方法を用いて加工されてもよい。これらの方法には、縫製、製織、スティッチボンディング、製編、鉤針編み、フィラメント巻織などが含まれてもよい。連続の極細繊維材料は、これらの用途に普通用いられる他の非極細繊維材料が任意にありまたはなしのかかる製品中へ組み入れられてもよい。非極細繊維材料には、羊毛、木綿、繊維ガラス、ポリエステル、レーヨン、ポリオレフィン、ポリアミド、およびアラミドのような天然または合成材料から調製されたスレッド、リボン、布、糸、粗糸などが含まれてもよい。

【００９７】
具体的に上で議論された他の製品構造物のように、織物代替用途において有用な極細繊維絡合製品の極細繊維材料は、極細繊維の絡合を考慮する任意の時にミクロフィブリル化されてもよい。極細繊維形成性フィルムは、第２材料と組み合わせる、またはその中へ組み入れる前または後の任意の時にミクロフィブリル化して、極細繊維材料を作り出してもよい。幾つかの好ましい方法によれば、極細繊維形成性フィルムは、織物代替物品の第２材料と接触して置くことができ、組み合わされた材料は、ミクロフィブリル化と絡合とが実質的に同時に起こるように、ミクロフィブリル化工程を通過させることができる。

【００９８】
上の議論は、それら自体接触するように折り重ねられたシングルピース、または他の極細繊維材料と組み合った異なる極細繊維材料をはじめとする、１つ以上の断片の極細繊維材料または極細繊維形成性材料から調製された極細繊維絡合製品を具体的に説明する言語を含む。

【００９９】
好都合にも、異なる極細繊維材料は、それらの異なる個々の特性に基づいて選択し、所望の特性の組合せを有する極細繊維絡合製品を作り出すために、組み合わせて一緒に使用することができる。例えば、異なる極細繊維材料は、独立して選択することができ、剛性、柔軟性、高もしくは低弾性、または高もしくは低強度のような一定の機械的特性、耐汚染性を示すために、高い摩擦係数のような所望の摩擦特性を与えるために、所望の色または色の組合せを与えるために、所望のサイズの繊維、フィブリル、もしくは極細繊維、または極細繊維表面の所望の表面積、あるいはそれらの組合せを与えるために、疎水性、親水性、疎油性、親油性、誘電性の１つ以上である極細繊維または極細繊維表面を含む。

【０１００】
個々の例として、極細繊維絡合製品の一極細繊維材料は、親水性であるべく選択することができたが、別の極細繊維材料は親油性であることができた。極細繊維絡合製品に異なるタイプの材料を用いると、異なる特性を有する極細繊維絡合製品または物品を作り出すことができ、それは、例えば、パッド、ドレープ、クロス様ワイプ、極細繊維マット、または２種以上の異なるタイプの材料を含有する多種多様な他のタイプの製品として有用であるかもしれない。これは、吸水性および吸油性の両方であるワイプを製造するのに有用であり得た。

【０１０１】
本発明は、さらに、極細繊維材料ではない別の材料、すなわち、「非極細繊維」材料である第２材料と組み合った極細繊維材料を含む極細繊維絡合材料を考慮している。これらの非極細繊維材料は、極細繊維材料の極細繊維が第２の非極細繊維材料と絡み合うように極細繊維材料と組み合わせるまたは混ぜ合わせることができる任意の材料であってもよい。１種以上のこれらの第２材料が、１種以上の極細繊維材料と組み合って、説明された任意の極細繊維絡合製品中に含まれ得る。

【０１０２】
極細繊維材料ではない第２材料は、極細繊維材料の特性とは異なるまたはそれを補足する特性または特質を与えるべく選択することができる。非極細繊維形成性層は、その耐汚染性もしくは耐水性、または剛性、柔軟性、弾性のような機械的特性のために、疎水性、親

水性などのような一定の物理的または化学的特性与えるべく選択することができる。極細繊維絡合製品は、柔軟性または伸張性の極細繊維表面保持クロスの組合せ特性を有する物品を与えるために、耐水性エラストマーの特性、および極細繊維表面の特性をはじめとする特性の組合せを示してもよい。相補的特性は、極細繊維材料のウェブ横断方向の強度、極細繊維よりもサイズが大きい繊維またはフィブリルをおそらく含む繊維状テクスチャー、スクリーンまたはテクスチャー加工材料または幾つかの他のタイプの強化材の１つ以上であるかもしれない。非極細繊維材料は、テクスチャー加工された比較的より大きなフィブリル（より小さい極細繊維とは対照的に）を含有する表面のような繊維状であるか、または極細繊維が第２材料と絡み合うようになるのを許すために別のやり方で造形または成形されているかのどちらかである幾つかの部品を有してもよい。一般的形態の有用なかかる第２材料の例には、スクリーン、メッシュ、開放気泡フォーム、スパンボンド、糸もしくはフィラメントの粗糸；編まれた、織られた、織られていない（ドライレイド（ｄｒｙ　ｌａｉｄ）、ウェットレイド（ｗｅｔ　ｌａｉｄ）、スパンボンド化、およびメルトブローンを含む）構築物；極細繊維との絡合を許すサイズスケールの任意の他の部品の形態にある材料が挙げられる。好ましい材料は、スクリム、スクリーン、または異なる織られたもしくは織られていない材料もしくは布、または繊維形成性材料のような強化材を含むことができる。

【０１０３】

非極細繊維材料である第２材料を含む極細繊維絡合製品は、一般に、極細繊維材料または極細繊維形成性材料を第２材料と接触させ、次に第２材料と極細繊維との絡合を生じさせるであろう方法で処理することによって調製することができる。一方法は、極細繊維形成性フィルムを第２材料と接触させ、次に材料をミクロフィブリル化し、同時に極細繊維を形成し、そして極細繊維を第２材料と絡ませることである。あるいはまた、極細繊維材料（既に極細繊維を含む）が第２材料と接触させられ、次に極細繊維は、例えば、水流交絡によって、第２材料に絡ませられ得る。

【０１０４】

たった１つの実施形態として、極細繊維絡合製品は、極細繊維材料と、１種以上の極細繊維材料からの極細繊維と絡み合った織もしくは不織スクリムまたはスクリーンのような繊維状材料とを含んでもよい。極細繊維絡合製品は、極細繊維材料を繊維状材料と接触させ、極細繊維と繊維状材料との絡合を生じさせるために処理することによって作り出すことができる。あるいはまた、極細繊維形成性材料が繊維状材料と接触させられ、極細繊維の形成と絡合とがそれに続くことができる。極細繊維材料または極細繊維形成性材料は、１種以上の繊維、トウ、または極細繊維材料もしくは極細繊維形成性材料のウェブを、１種以上の繊維、トウ、またはウェブと組み合わせること、極細繊維材料または極細繊維形成性材料上へ繊維をドライレイングする（ｄｒｙ　ｌａｙｉｎｇ）、ウェットレイングする（ｗｅｔ　ｌａｙｉｎｇ）、スパンボンドするまたはメルトブローすること、および繊維状材料上へ極細繊維材料または極細繊維形成性材料をドライレイングするまたはウェットイレイングすることをはじめとする様々な技術によって繊維状材料と接触させられてもよい。

【０１０５】

極細繊維材料、極細繊維形成性材料、および他の材料は、極細繊維材料の極細繊維を第２材料と絡み合うようにならせる任意の方法によって極細繊維絡合製品中へ組み入れることができ、任意の方法は、先ず極細繊維材料をミクロフィブリル化して極細繊維を生じさせることができ、同じプロセス工程でまた極細繊維を第２材料と絡ませる。極細繊維を他の極細繊維とまたは異なるタイプの第２材料と絡み合うようにならせる任意の処理方法が有用であり得る。絡合のための様々な異なる方法が公知である。好ましい方法は、ミクロフィブリル化と水流交絡とを含む。

【０１０６】

用語「ミクロフィブリル化」は、本明細書で使用されるように、エネルギーを与えて極細繊維形成性フィルムから極細繊維を遊離する方法に関する。かかる方法は、押出および共

押出材料を加工する技術において周知であり、例えば、超音波技術を用いて気体流体を与える方法、および例えば高圧水ジェットを用いて水のような液体流体を与える方法を含む。これらの方法は、例えば、米国特許第６，１１０，５８８号に極細繊維の形成に関して概略記載されている。

【０１０７】

より具体的には、極細繊維形成性フィルムは、ポリマーマトリックスから極細繊維を生じさせ、少なくとも部分的にそれを遊離するのに十分な流体エネルギーを表面に与えることによってミクロフィブリル化されてもよい。任意に、ミクロフィブリル化に先立って、フィルムは、移動するフィルムと接触して針または粗目のような切削要素を有する回転ドラムまたはローラの使用によるような、高度に延伸されたフィルムから巨視的な繊維を作り出すための通常の機械的方法によるフィブリル化工程にさらされてもよい。他の類似したマクロフィブリル化処理は公知であり、加撚、ブラシ掛け（転針ローラでのような）、例えば革パッドでの研磨、および屈曲のような機械的作用を含む。

【０１０８】

極細繊維形成性フィルムは、表面に対してミクロフィブリル化表面を与えるのに十分な流体エネルギーを与えることによって、例えば、フィルムの少なくとも１表面を高圧流体と接触させることによって、ミクロフィブリル化される。極細繊維は、典型的には、約１．５：１～約２０：１、好ましくは３：１～９：１の範囲の横断面アスペクト比（横幅対厚さ）の長方形断面を有するであろう。好ましい極細繊維はまた、１つ以上の次の形体または寸法、０．０１～１０ミクロンの、好ましくは５ミクロン未満の平均有効径、０．５μ^2～３．０μ^2、好ましくは約０．７μ^2～２．１μ^2の平均横断面積を有することができる。さらに、長方形形状極細繊維の側面は通常滑らかではないが、断面ではスカロップ外観を有する。原子力顕微鏡法は、極細繊維が、集合して長方形またはリボン形状の極細繊維を形成する、個々のまたは単一のフィブリルの束であることを明らかにする。こうして、表面積は、長方形形状極細繊維から期待されるものを上回る。例えば、好ましい極細繊維表面は、クリプトン吸着質のカンタクローム・オートソーブ（Ｑｕａｎｔａｃｈｒｏｍｅ　ＡＵＴＯＳＯＲＢ）１－ＫＲガス吸収計器（フロリダ州ボイントン・ビーチ（Ｂｏｙｎｔｏｎ　Ｂｅａｃｈ）のカンタクローム・コープ（Ｑｕａｎｔａｃｈｒｏｍｅ　Ｃｏｒｐ．）から入手可能な）を用いて測定されるように、少なくともグラム当たり０．２５～１５平方メートルの表面積を示してもよい。

【０１０９】

フィルム表面をミクロフィブリル化する一方法は、流体ジェットによるものである。この方法では、細かい流体流れの１つ以上のジェットが、スクリーンまたは移動ベルトによって支持されていてもよい極細繊維形成性フィルムの表面と衝突し、それによってポリマーマトリックスから極細繊維を遊離する。ミクロフィブリル化の程度は、流体ジェットへのフィルムの暴露時間、流体ジェットの圧力、流体ジェットの横断面積、流体接触角、ポリマー特性、およびより少ない程度だが流体温度に依存する。

【０１１０】

任意のタイプの液体または気体流体が使用されてもよい。液体流体は、水またはエタノールもしくはメタノールのような有機溶剤を含んでもよい。窒素、空気または二酸化炭素のような好適な気体、ならびに液体と気体との混合物が使用されてもよい。任意のかかる流体は、好ましくは非膨潤性であり（すなわち、ポリマーマトリックスによって吸収されない）、それは極細繊維の延伸および結晶性の程度を低下させるであろう。好ましくは、流体は水である。

【０１１１】

好適な結果は周囲温度流体を用いて得られるが、流体温度は上げられてもよい。流体の圧力は、フィルムの少なくとも一部分に、ある程度のミクロフィブリル化を与えるのに十分であるべきであり、好適な条件は、流体、組成およびモルフォロジをはじめとするポリマーの性質、流体ジェットの構造、衝撃の角度および温度に依存して広範囲に変わることができる。より低い圧力とより長い暴露時間とが用いられてもよいが、典型的には、流体は

、室温および少なくとも３４００ｋＰａ（５００ｐｓｉ）の圧力の水である。かかる流体は一般に、流体の非圧縮性、平滑面および摩擦による損失なしを仮定した計算に基づいて、最低５ワットまたは１０Ｗ／ｃｍ^{2}を与えるであろう。

【０１１２】

流体ジェットの構造、例えば、横断面形は名目上円形であってもよいが、他の形状が同様に用いられてもよい。ジェットは、セクションを横切るまたはフィルムの幅を横切るスロットを含んでもよい。フィルムがジェットに関して搬送されている間、ジェットは固定されていてもよく、ジェットが固定されているフィルムに関して移動してもよく、またはフィルムおよびジェットの両方が互いに関して移動してもよい。例えば、ジェットがウェブを横断して移動している間に、フィルムが供給ローラによって縦（長手）方向に搬送されてもよい。好ましくは、フィルムがローラによってフィブリル化室を通って搬送される間、フィルムが流体をミクロフィブリル化表面から排出させるスクリーンまたはスクリムによって支持されている間、複数のジェットが使用される。フィルムはワンパスでミクロフィブリル化されてもよいし、またはフィルムは、ジェットを通るマルチプルパスを用いてミクロフィブリル化されてもよい。

【０１１３】

ジェットは、フィルム表面のすべてまたは部分がミクロフィブリル化されるように配置構成されてもよい。あるいはまた、フィルムの選択されたエリアのみがミクロフィブリル化されるように配置構成されてもよい。フィルムの一定のエリアは、また、選択されたエリアがミクロフィブリル化されないままにするための通常のマスク剤を用いて、マスクされてもよい。同様に、本方法は、ミクロフィブリル化表面が多層フィルムの単一極細繊維形成性層の厚さを通って部分的にのみもしくは完全に、または多層フィルムの１つ以上の隣接する極細繊維形成性層を通って完全にもしくは部分的に貫通するように実施されてもよい。ミクロフィブリル化表面がフィルムの厚さを通って広がることが望まれる場合には、物品の完全性が維持され、フィルムが個々の糸または繊維に分割されないように、条件が選択されてもよい。

【０１１４】

水流交絡機は、例えば、フィルムを流体ジェットにさらすことによって表面をミクロフィブリル化するために用いることができる。あるいはまた、流体ジェットの激突の手動調整を許す、ぐるぐる回るまたは揺動するヘッド付き圧力水ジェットが用いられてもよい。かかる機械は商業的に入手可能である。こうして、極細繊維絡合製品は、極細繊維材料、繊維状材料、スクリムもしくはスクリーン、または本明細書に記載される第２材料の任意の他のものであってもよい、別の極細繊維形成性材料または第２材料と接触して極細繊維形成性材料を置く工程と、水流交絡機を用いて極細繊維形成性フィルムをミクロフィブリル化して極細繊維を形成する工程であって、極細繊維が第２材料と絡み合うようになる工程とによって効率的に作り出されるかもしれない。

【０１１５】

もちろん、水流交絡機は、極細繊維材料上に既に存在する極細繊維を絡み合わせるために用いられてもよい。従って、極細繊維絡合製品は、極細繊維材料を別の極細繊維材料または第２材料と接触して置き、水流交絡機で極細繊維を水流交絡することによって作り出されてもよい。

【０１１６】

ミクロフィブリル化または絡合は、熟練者によって理解されるように、例えば、高エネルギー空洞化媒体中に極細繊維材料または極細繊維形成性材料を漬け、例えば、そしてその流体に超音波をかけることにより空洞化を達成することによって、同様に他の方法によって成し遂げられてもよい。ミクロフィブリル化の速度は空洞化強度に依存する。超音波システムは、低音振幅、低エネルギー超音波洗浄機浴から、高振幅、高強度音プローブシステムまでの集束低振幅システムへと多岐にわたることができる。

【０１１７】

ミクロフィブリル化法において、いかなるタイプが選択されようと、極細繊維のほとんど

は、好ましくは、ポリマーマトリックスからの極細繊維の不完全な遊離のために極細繊維形成性材料（今は極細繊維材料）に結びついたままである。

【０１１８】

必要ならば、ミクロフィブリル化効率を改善するために、シリカ、炭酸カルシウムもしくは雲母材料のような補助剤が、または極細繊維に所望の特性を与えるために、帯電防止剤もしくは着色剤のような補助剤がポリマーメルトに添加されてもよい。さらに、結晶性の程度を調節するために、または、ポリプロピレンを使用する場合には、結晶質フィルム中のβ－相ポリプロピレンの割合を増やすために、核剤が添加されてもよい。β－相の高い割合は、結晶質フィルムをより容易にミクロフィブリル化させると信じられている。β－相核剤は公知であり、例えば、ジョーンズ（Ｊｏｎｅｓ）ら、Ｍａｋｒｏｍｏｌ．Ｃｈｅｍ．、第７５巻、１３４－１５８（１９６４）およびジェー・カーガー－コックシス（Ｊ．Ｋａｒｇｅｒ－Ｋｏｃｓｉｓ）、「ポリプロピレン構造：ブレンドおよび複合材料（Ｐｏｌｙｐｒｏｐｙｌｅｎｅ　Ｓｔｒｕｃｔｕｒｅ，Ｂｌｅｎｄｓ　ａｎｄ　Ｃｏｍｐｏｓｉｔｅｓ）」、第１巻、１３０－１３１（１９９４）に記載されている。かかる一ベータ核剤は、日本国、大阪中央区の新日本化学株式会社からエヌジェー－スター（ＮＪ－Ｓｔａｒ）ＮＵ－１００ａとして入手可能な、Ｎ，Ｎ’－ジシクロヘキシル－２，６－ナフタレンジカルボキサミドである。

【０１１９】

ミクロフィブリル化フィルムは、多数の異なる有用な最終構築物の任意のものへ成形することができる。幾らかの例には、例えば、クリーニング用のクロスまたはクロス様材料、テープ裏材料、フィルター材料、繊維状マット、断熱材および防音材、使い捨てワイプ、粘着性包帯、電子多層アセンブリまたはアンテナ用の誘電ひずみ免荷層、複合強化構造物、吸収材などが挙げられる。

【実施例】

【０１２０】

試験方法Ｉ－厚さ測定

モデルＭ０３４Ａデジタル厚さ計（ノースカロナイナ州シャーロット（Ｃｈａｒｌｏｔｔｅ）のエスディエル・アメリカ・インク（ＳＤＬ　Ａｍｅｒｉｃａ　Ｉｎｃ．）から入手可能な）を用いて、ミクロフィブリル化フィルムおよびミクロフィブリル化フィルム継ぎ目の厚さを測定した。押さえを持ち上げ、試料をプラットフォーム上に置いた。デジタルディスプレー下のゼロ点調整ノブを用いて測定プラットフォームをゼロ点調整した。試料を取り除き、指示器は負の値を示した。速い速度を用いて、押さえが測定プラットフォーム上方ほぼ２ｍｍになるまでそれを下げた。速度を遅いに切り換え、押さえがプラットフォームと接触し、２０グラムの圧力が示されるまで、ジョイスティックを用いて、それを下げた。次にデジタル高さ計をゼロ点調整した。次に押さえを上げ、試料をプラットフォーム上に置き、２０グラムの圧力が得られるまで遅い速度を用いて押さえを下げ、デジタル高さ計から厚さを読み取ることによって、試料厚さを測定した。

【０１２１】

試験方法ＩＩ－引張強度測定

モデル　ユーティエスイー（ＵＴＳＥ）－２　シャティヨン（ＣＨＡＴＩＬＬＯＮ）™電動式試験スタンド／フォース計（ノースカロナイナ州グリーンズバラ（Ｇｅｅｎｓｂｏｒｏ）のジョン・シャティヨン・アンド・サンズ、インク、フォース測定部門（Ｊｏｈｎ　Ｃｈａｔｉｌｌｏｎ　＆　Ｓｏｎｓ，Ｉｎｃ．，Ｆｏｒｃｅ　Ｄｉｖ．）から入手可能な）を用いて、継ぎ目ありおよびなしの試料の引張強度を測定した。試料を長さ方向に置き、グリップ間に５．０８ｃｍの間隙を持ったグリップの中心に置いた。２５．４ｃｍ／分のクロスヘッド速度を用いた。最大荷重および破壊伸びを記録した。３試料を試験し、最大荷重および伸びについて平均値を報告した。

【０１２２】

フィルムキャスティング方法

ポリプロピレン樹脂（フィナ（ＦＩＮＡ）３３７４、ポリプロピレンホモポリマー、また

はフィナ（ＦＩＮＡ）３３７６、両方ともテキサス州ダラス（Ｄａｌｌａｓ）のフィナ・インク（Ｆｉｎａ　Ｉｎｃ．）から入手可能な）を使用した。３３７４を、０．１重量％ホスタパーム　レッド（Ｈｏｓｔａｐｅｒｍ　Ｒｅｄ）Ｅ３Ｂ（ＰＶ１９）、γ－キナクリドン（ＣＡＳ　Ｎｏ．１－０４７－１６－１、独国フランクフルトのクラリアント（Ｃｌａｒｉａｎｔ）ＧｍｂＨから入手可能な）と共に使用した。クローレン（Ｃｌｏｅｒｅｎ）ダイまたは単層ダイのどちらか付きの単軸スクリュー押出機を用いて、樹脂をフィルムに押し出した。クローレン（Ｃｌｏｅｒｅｎ）ダイは１２．７ｃｍ幅で、名目上２．５４ｍｍに間隙調整されたオリフィス付きであり、単層ダイは１２１．９ｃｍ幅で、名目上１．７８ｍｍに間隙調整されたオリフィス付きであった。ポリプロピレンをダイから、垂直の３－ロールスタックキャスティングラインのロールの底部および中間のニップ中へ供給した。中間および上ロールのニップから出て、０．７６、１．２７、または１．６８ｍｍの厚さのキャストフィルムを与えるためにニップ間隙およびロール圧を設定した。ロール温度は９３．３℃または９８．９℃に設定した。

【０１２３】

フィルム延伸およびボイド化方法

方法Ａ－キャストフィルムを、１．２２ｍ／分の表面速度、１４９℃の温度、および２．７６ＭＰａの圧力で、巻出ステーションから第１カレンダー（２ロール）の圧縮ニップ中へ供給した。第１カレンダーを出たフィルムを、できるだけ高い表面速度で作動する第２および第３引張カレンダーセット（各セットに２ロール）中へフィルムを切断することなく供給した。生じた延伸およびボイド化フィルムを引張応力下のコア上へ巻き取った。

【０１２４】

方法Ｂ－キャストフィルムを、シグノード（ＳＩＧＮＯＤＥ）法を用いるｓ－ラップ型カレンダーの第１ロールの表面に供給した。フィルムを、第１ロールと第１ロールよりも高い表面速度で作動する第２ロールとのニップ中へ供給した。第１ロールと第２ロールとの間の間隙は、０．０７６２ｍｍまたは０．１５２ｍｍのどちらかであった。次にフィルムを、第２ロールよりも高い表面速度で作動する第３ロールに供給した。最初の２ロールはフィルムをカレンダーにかけて剪断し、第３ロールはさらにフィルムを延伸した。ロールの温度および表面速度は次のとおりであった。

【０１２５】

【表１】

ロール	表面速度（m/分）	温度（℃）
第１	1.28	130
第２	8.63	120
第３	18.9	140

【０１２６】

生じた延伸およびボイド化フィルムを引張応力下のコア上へ巻き取った。

【０１２７】

方法ＡまたはＢのどちらかによって製造された延伸およびボイド化フィルムの延伸比は、キャストフィルムの（密度×幅×厚さ）を延伸およびボイド化フィルムの（密度×幅×厚さ）で割ることによって計算した。

【０１２８】

水流交絡方法

結合剤なしで強い構造物を形成するために、延伸フィルムを高圧水ジェットにさらし、フィルムのミクロフィブリル化ならびにフィルム表面と、エッジと、表面およびエッジとの間の極細繊維の絡合を引き起こすことによって水流交絡を行った。１５ＭＰａのシステム

水圧で運転され、７つの水インジェクターヘッドを備えた、ハイドロレイス（ＨＹＤＲＯＬＡＣＥ）３５０システム^{TM}（英国コベントリー（Ｃｏｖｅｎｔｒｙ）のセル・インターナショナル・リミッティッド（ＣＥＬ　ＩＮＴＥＲＮＡＴＩＯＮＡＬ　ＬＴＤ）から入手可能な）を用いてフィルムを水流交絡した。各インジェクターヘッドは、各穴が１２０μ×１５．２μの寸法を示す、１６．５穴／ｃｍを有するジェットストリップで配置構成されていた。インジェクターヘッドは長さ０．５ｍであり、各ヘッドから４．５ｍ^{3}の水が届けられて。システムを通過する各試料がすべてのインジェクターヘッドからのアウトプットにさらされるように、目の荒いメッシュコンベアの上方に４つ、下方に３つ、コンベアの方向と垂直に取りつけられていた。特に明記しない限り、２．５ｍ／分のコンベア速度を用いた。

【０１２９】

狭幅スリッティング方法

狭幅スリッティングは、０．４５ｍの機械幅と０．０８０６ｍｍ～１１．２９ｍｍのスリット幅容量とを有する、レイザー／スコア（Ｒａｚｏｒ／Ｓｃｏｒｅ）スリッター、モデル３２５Ｂ１７（ニュージャージー州フェアフィールド（Ｆａｉｒｆｉｅｌｄ）のアロー・コンバーティング・イクイップメント・インク（Ａｒｒｏｗ　Ｃｏｎｖｅｒｔｉｎｇ　Ｅｑｕｉｐｍｅｎｔ　Ｉｎｃ．）によって製造された）を用いて行った。スリッターは、０．０８０６ｍｍの間隔をおいて配置された２６の安全かみそりの刃を備えていた。１．４５ＭＰａのライン引張応力、１．５ｍ／分のライン速度でスリッターを通してフィルムを通過させ、生じた２４の個々の０．８０６ｍｍ幅ストリップを手でコア上へ集めた。

【０１３０】

実施例１

本実施例は、フィルムをエッジーエッジ接触で水流交絡することによる、目に見える継ぎ目のない２つのフィルムの接合を例示する。よって、フィルムキャスティング方法によって９８．９℃キャスティングロールで（フィナ（ＦＩＮＡ）３３７４ポリプロピレン（０．１重量％レッド（Ｒｅｄ）Ｅ３Ｂを含有する）から作り出した１．６８ｍｍ厚さのキャストフィルムを用いる）フィルム延伸およびボイド化方法Ａによって製造した、０．１５ｍｍの厚さ、４．１ｃｍの幅、０．７３３ｇ／ｍＬの密度、１８．６％のボイド含有率、および２０．７：１の計算された延伸比を有する、高度に延伸されたミクロボイド化フィルムを、４．５７ｍの長さを有する２つの試料にカットした。試料を一緒に長さ方向に、エッジーエッジにクランプで固定し、上記の水流交絡方法にかけた。生じた試料は、試料のそれぞれに由来する極細繊維と絡み合った２つの元の試料から構成されていることが分かった。水流交絡システムを通してこの試料を追加パスさせて、目に見える継ぎ目のない一様にフィブリル化した試料をもたらした。継ぎ目を図２２、２３、および２４に示す。試験方法Ｉを用いて、継ぎ目エリアおよび非継ぎ目エリアにおける試料の厚さを測定した。試験したすべてのエリアで０．５６ｍｍの厚さであることが分かった。試験ストリップ（２．５４ｃｍ×１０．１６ｃｍ）を、試料から、継ぎ目の各側面上のエリアからおよび試験ストリップの中心を横切る継ぎ目を含む組合せエリアからカットした。試験ストリップの引張および伸び特性を試験方法ＩＩを用いて測定した。その結果を表１に示す。

【０１３１】

【表２】

表１　絡み合った継ぎ目ありおよびなしの試験ストリップの引張および伸び特性

試験ストリップ	最大荷重（Ｎ）	伸び（％）
継ぎ目の左側エリア	1.82	109.5
継ぎ目の右側エリア	1.95	122.1
継ぎ目を含むエリア	1.85	109.8

【０１３２】
表１の結果は、継ぎ目が試験された試料の他のエリアと同じ引張および伸び特性を本質的に有したことを示す。
【０１３３】
実施例２
本実施例は、繊フィルムを水流交絡することによる寸法安定性のミクロフィブリル化布の形成を例示する。よって、実施例１で記載したように本質的にフィナ（ＦＩＮＡ）３３７４ポリプロピレンで製造した、しかし７．６２ｃｍの幅を有する、第１の高度に延伸されたミクロボイド化フィルムを、互いに平行に取りつけられた１２．７ｍｍの間隔をおいて配置された２つの安全かみそりの刃を用いて、１２．７ｍｍの幅を有するストリップにスリットした。フィルム延伸およびボイド化方法Ｂによって（フィルムキャスティング方法によって９３．３℃キャスティングロールでフィナ（ＦＩＮＡ）３３７６ポリプロピレンから作り出した０．７６ｍｍ厚さのキャストフィルムを用いて）製造した、０．１０ｍｍの厚さ、１１．４ｃｍの幅、０．７９２ｇ／ｍＬの密度、１２％の計算されたボイド含有率、および１６．３：１の計算された延伸比を有する、第２の高度に延伸されたミクロボイド化フィルムを、同様に１２．７ｍｍの幅を有するストリップにスリットした。第１および第２フィルムストリップを、第１フィルムストリップをよこ糸（横方向）に、第２フィルムストリップをたて糸（縦方向）にして一緒に手で織った。図１０を参照のこと。生じた織試料を水流交絡方法にかけた。ワンパスの後に、ストリップのエッジからの極細繊維が隣接するストリップからの極細繊維と絡み合っていた。織試料を、４つのインジェクターヘッドに面する側面を行きつ戻りつして、水流交絡システムを通して５回の追加パスにかけた。生じた完全にフィブリル化した布は、よこ糸およびたて糸の両方向に安定であり、継ぎ目なしであることが観察された。図１１を参照のこと。
【０１３４】
実施例３
本実施例は、２つのフィルム層からの寸法安定性のミクロフィブリル化シートの形成を例示する。実施例１で記載したように本質的にフィナ（ＦＩＮＡ）３３７４ポリプロピレンで製造した、しかし５．０８ｃｍの幅を有する、高度に延伸されたミクロボイド化フィルムを、それ自体の周りに３０°の角度でらせん状に動かし、らせん状になったフィルムを平らにすることによって交差ラップした。生じた２層シートの向かい合った層の縦方向は、互いにほぼ垂直であった。図１２を参照のこと。シートを上記の水流交絡方法にかけた。生じたミクロフィブリル化シート内の隣接エッジからの極細繊維は、絡まっていることが分かった。ミクロフィブリル化シートを、４つのインジェクターヘッドに面する側面を行きつ戻りつして、水流交絡システムを通して５回の追加パスにかけた。生じた完全にフィブリル化した布シートは、長さおよび幅の両方向に安定であり、継ぎ目なしであることが観察された。図１３を参照のこと。
【０１３５】
実施例４
本実施例は、ミクロフィブリル化フィルムを一緒に撚ることによる糸またはロープの形成を例示する。よって、実施例２の第２フィルムについて記載したように本質的にフィナ（ＦＩＮＡ）３３７６ポリプロピレンで製造した、しかし７．６２ｃｍの幅を有する、高度に延伸されたミクロボイド化フィルムを、狭幅スリッティング方法を用いてストリップにスリットした。図１４を参照のこと。ストリップの幾つかを別々に水流交絡方法にかけた。水流交絡システムを通したワンパスの後に、ストリップは部分的にミクロフィブリル化され、２回パスの後にはより一様なミクロフィブリル化が達成された。図１５を参照のこと。生じたミクロフィブリル化ストリップの２つを、ストリップ長さの２．５４ｃｍ当たり１．５撚りが達成されるまでＳ－方向に手で撚った。生じた撚りミクロフィブリル化ストリップを、長さの２．５４ｃｍ当たり１．５撚りが達成されるまでＺ－方向に一緒に手で撚った。図１６を参照のこと。
【０１３６】

実施例５
本実施例は、一緒に撚られたフィルムをミクロフィブリル化することよる糸またはロープの形成を例示する。実施例４の２つの未ミクロフィブリル化ストリップを、実施例４におけるように個々におよび一緒に撚った。図１７を参照のこと。生じた撚り二重ストリップを、実施例４におけるように水流交絡方法にかけた。生じたミクロフィブリル化撚り二重ストリップの個々のストリップは、もはやはっきりと目に見えなかった。図１８を参照のこと。
【０１３７】
実施例６
本実施例は、不織の非極細繊維と接触してフィルムをミクロフィブリル化することによるハイブリッド材料の形成を例示する。実施例３で使用した高度に延伸されたミクロボイド化フィルムの４．５７ｍ×５．０８ｃｍ断片を、より大きな断片の不織スパンボンドポリプロピレン（アブゴル（ＡＶＧＯＬ）™、１．５デニール、３０ｇ／ｍ^2、イスラエル国ホロン（Ｈｏｌｏｎ）のアブゴル・ノンウーブン・インダストリー、アブゴル・リミティッド（Ａｖｇｏｌ　Ｎｏｎｗｏｖｅｎ　Ｉｎｄｕｓｔｒｙ，Ａｖｇｏｌ　ＬＴＤ）から入手可能な）の一部の上面上に置いた。図１９を参照のこと。組み合わせたフィルムと不織材とを水流交絡方法にかけ、フィルムによる幾つかのミクロフィブリル化および極細繊維と不織材との幾らかの絡合をもたらした。水流交絡システムを通した第２パスの後に、完全なミクロフィブリル化および不織材との絡合が達成された。図２０を参照のこと。図２１は、極細繊維のより低い部分と絡み合った不織材からのフィブリルの上部部分を描写する、水流交絡物品の断面図を示す。
【図面の簡単な説明】
【０１３８】
【図１】３次元極細繊維絡合製品を例示する。
【図２】極細繊維絡合継ぎ目を一般的に例示する。
【図３】本発明に従って調製された連続ウェブの例を例示する。
【図４】極細繊維絡合表面を一般的に例示する。
【図５】極細繊維絡合表面および任意の極細繊維絡合エッジを一般的に例示する。
【図６】極細繊維絡合表面およびエッジと表面との間の任意の極細繊維絡合界面を一般的に例示する。
【図７】交差ラップ化極細繊維絡合製品の例を例示する。
【図８】織られた極細繊維絡合製品またはそれの前駆体の例を例示する。
【図９】極細繊維絡合継ぎ目形成前後のフィルムの写真である。
【図１０】水流交絡前の織フィルムの写真である。
【図１１】水流交絡後の織フィルムの写真である。
【図１２】交差ラップ化フィルムの写真である。
【図１３】水流交絡後の交差ラップ化フィルムの写真である。
【図１４】撚りまたは水流交絡前の個々の狭いフィルムの写真である。
【図１５】ミクロフィブリル化後の個々の狭いフィルムの写真である。
【図１６】一緒に撚られた後のミクロフィブリル化狭いフィルムの写真である。
【図１７】一緒に撚られた後の狭いフィルムの写真である。
【図１８】一緒に撚られ、次に水流交絡された狭いフィルムの写真である。
【図１９】水流交絡前の不織非極細繊維上の極細繊維形成性フィルムのフィルムの写真である。
【図２０】水流交絡後の不織非極細繊維と絡み合った極細繊維フィルムのフィルムの写真である。
【図２１】不織非極細繊維と絡み合ったミクロフィブリル化フィルムの横断面の走査顕微鏡（ＳＥＭ）写真である。
【図２２】図９のそれのような極細繊維絡合継ぎ目の継ぎ目エリアの横断面の走査顕微鏡（ＳＥＭ）写真である。

【図２３】図２２のそれのような極細繊維絡合継ぎ目の継ぎ目エリアの上面の走査顕微鏡（ＳＥＭ）写真である。
【図２４】図９または図２２のそれのような極細繊維絡合継ぎ目の継ぎ目エリアの底面の走査顕微鏡（ＳＥＭ）写真である。

【国際公開パンフレット】

(12) INTERNATIONAL APPLICATION PUBLISHED UNDER THE PATENT COOPERATION TREATY (PCT)

(19) World Intellectual Property Organization
International Bureau

(43) International Publication Date
21 November 2002 (21.11.2002)

PCT

(10) International Publication Number
WO 02/092899 A1

(51) International Patent Classification⁷: D04H 13/02, 1/46, 13/00

(21) International Application Number: PCT/US02/09234

(22) International Filing Date: 26 March 2002 (26.03.2002)

(25) Filing Language: English

(26) Publication Language: English

(30) Priority Data:
09/858,273 15 May 2001 (15.05.2001) US

(71) Applicant: **3M INNOVATIVE PROPERTIES COMPANY** [US/US]; 3M Center, Post Office Box 33427, Saint Paul, MN 55133-3427 (US).

(72) Inventors: **ISTA, Troy, K.**; Post Office Box 33427, Saint Paul, MN 55133-3427 (US). **PEREZ, Mario, A.**; Post Office Box 33427, Saint Paul, MN 55133-3427 (US). **SANOCKI, Stephen, M.**; Post Office Box 33427, Saint Paul, MN 55133-3427 (US). **SWAN, Michael, D.**; Post Office Box 33427, Saint Paul, MN 55133-3427 (US).

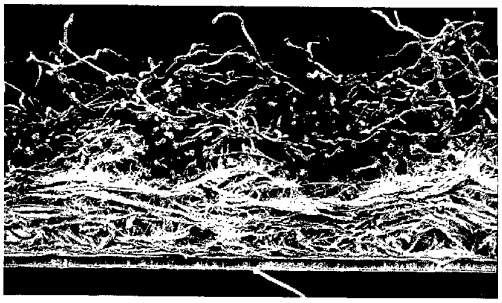
(74) Agents: **KOKKO, Kent, S.** et al.; Office of Intellectual Property Counsel, Post Office Box 33427, Saint Paul, MN 55133-3427 (US).

(81) Designated States *(national)*: AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, UZ, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) Designated States *(regional)*: ARIPO patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), Eurasian patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), European patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR), OAPI patent

[Continued on next page]

(54) Title: MICROFIBER-ENTANGLED PRODUCTS AND RELATED METHODS



(57) Abstract: Described are microfiber-entangled products and methods of producing microfiber-entangled products from microfiber materials or microfiber-forming materials, the microfiber entangled products having various useful product constructions that incorporate microfiber materials and other materials that can be combined by folding, weaving, lapping, twisting, tying, braiding, or otherwise.

WO 02/092899 A1

WO 02/092899 A1

(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Declarations under Rule 4.17:

— *as to applicant's entitlement to apply for and be granted a patent (Rule 4.17(ii)) for the following designations AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, UZ, VN, YU, ZA, ZM, ZW, ARIPO patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), Eurasian patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), European patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR), OAPI patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG)*
as to the applicant's entitlement to claim the priority of the earlier application (Rule 4.17(iii)) for all designations

Published:

with international search report

For two-letter codes and other abbreviations, refer to the "Guidance Notes on Codes and Abbreviations" appearing at the beginning of each regular issue of the PCT Gazette.

MICROFIBER-ENTANGLED PRODUCTS AND RELATED METHODS

Field of the Invention

The invention relates to various microfiber-entangled products prepared from microfiber materials or microfiber-forming materials, and methods of preparing microfiber-entangled products.

Background

Polymeric materials that can be processed to form microfiber surfaces and microfiber-entangled products have been identified, including mono-axially oriented films such as polypropylene, among various others. See United States Patent No. 6,110, 588. Such polymeric materials can be selected and processed using various techniques to produce mono-axially oriented films capable of being microfibrillated to a microfiber surface.

There continues to exist a need for new and creative product constructions that can be prepared by combining microfiber materials with other microfiber materials, or by combining microfiber materials with other non-microfiber materials, in different ways, and methods to prepare such product constructions.

Brief Description of the Drawings

Figure 1 illustrates an example of a three-dimension microfiber-entangled product.

Figure 2 generally illustrates a microfiber-entangled seam.

Figure 3 illustrates an example of a continuous web prepared according to the invention.

Figure 4 generally illustrates a microfiber-entangled surface.

Figure 5 generally illustrates a microfiber-entangled surface and an optional microfiber-entangled edge.

Figure 6 generally illustrates a microfiber-entangled surface and an optional microfiber-entangled interface between an edge and a surface.

Figure 7 illustrates an example of a cross-lapped microfiber-entangled product.

Figure 8 illustrates an example of a woven microfiber-entangled product or a precursor thereof.

Figure 9 is a photograph of films before and after microfiber-entangled seam formation.

Figure 10 is a photograph of woven films before hydroentangling.

Figure 11 is a photograph of woven films after hydroentangling.

Figure 12 is a photograph of cross-lapped film.

Figure 13 is a photograph of cross-lapped film after hydroentangling.

Figure 14 is a photograph of separate narrow films before twisting or hydroentangling.

Figure 15 is a photograph of separate narrow films after microfibrillation.

Figure 16 is a photograph of microfibrillated narrow films after twisting together.

Figure 17 is a photograph of narrow films after twisting together.

Figure 18 is a photograph of narrow films twisted together and then hydroentangled.

Figure 19 is a photograph of film of a microfiber-forming film over a non-microfiber nonwoven before hydroentangling.

Figure 20 is a photograph of film of a microfiber film entangled with a non-microfiber nonwoven after hydroentangling.

Figure 21 is an SEM of a cross-section of a microfibrillated film entangled with a non-microfiber nonwoven.

Figure 22 is an SEM of a cross-section of a seam area of a microfiber-entangled seam such as that of figure 9.

Figure 23 is an SEM of a top surface of a seam area of a microfiber-entangled seam such as that of figure of figure 22.

Figure 24 is an SEM of a bottom surface of a seam area of a microfiber-entangled seam such as that of figure 9 or figure 22.

All drawn figures are not drawn to scale.

Summary of the Invention

The invention contemplates microfiber-entangled products made from microfiber materials and microfiber-forming materials by physically contacting and commingling,

i.e., entangling, microfibers of a microfiber material or a microfiber-forming material (upon formation) with another similar or dissimilar material (a "second material"). The different materials can be contacted and included in a single microfiber-entangled product by folding, weaving, twisting, mending, entwining, or otherwise contacting, combining, or incorporating a microfiber material or a microfiber-forming material with another material.

The microfiber material can be the result of microfibrillating a microfiber-forming material such as a microfiber-forming film. The order of combining the materials can be any order: first microfibrillating a microfiber-forming material to form a microfiber material and then contacting or combining the microfiber material with another material in any fashion and entangling the microfibers; or, first combining or contacting a microfiber-forming material with another material, and then microfibrillating to cause both microfiber formation and entanglement. According to either order, microfibers of the microfiber material entangle with the second material, either with microfibers or with other features of a second material.

A microfiber-entangled product can exhibit a combination of properties from each of two or more materials used to make the entangled product. For example, different materials of a microfiber-entangled product can be independently selected to include one or more materials that are hydrophobic; hydrophilic; oleophobic; oleophilic; dielectric; to exhibit a certain mechanical property such as rigidity, flexibility, high or low elasticity, or high or low strength; stain resistance; to give a desired frictional property such as a high or low coefficient of friction; to provide a desired color or color combination; to provide a desired size of fibers, fibrils, or microfibers, or a desired surface area of a microfiber surface; or a combination thereof. As a particular example, one material can be selected to give a hydrophilic surface, while the other portion of the product can have an oleophilic surface.

Different materials of a microfiber-entangled product can be selected to include one or more microfiber-forming layer and one or more layer that is not a microfiber-forming layer, to give a combination of properties from the different layers. The non-microfiber-forming layer can be selected to give a certain physical or chemical property, such as hydrophobicity, hydrophilicity, etc., for its stain or water resistance, or a mechanical property such as rigidity, flexibility, or elasticity. As an example, a second

material may be a plastic, a fluoropolymer, a hard yet flexible rubber or soft rubber, an elastomer, and a microfiber-forming polymer, such as polypropylene, or any other material that can be entangled with microfibers. The microfiber-entangled product may exhibit a combination of properties including properties of a waterproof elastomer, and properties of microfiber surfaces, to give an article having combined properties of a flexible or stretchable microfiber-surface-bearing cloth. For microfiber-entangled products prepared from a microfiber material and a second material, where the second material is a non-microfiber material, the non-microfiber forming material may be chosen to provide a property or characteristic that is different from or complementary to a property of a microfiber-material. A complementary property may be one or more of strength in a cross-web direction of the microfiber-material; a fibrous texture, perhaps including fibers or fibrils that are larger in size than microfibers, screens or textured materials, or some other type of reinforcing material.

The ways of incorporating one or more different materials into a microfiber-entangled product will be almost limitless. A single piece of microfiber material or microfiber-forming material may be folded onto itself and microfibrillated to entangle microfibers. This may allow, for example, a continuous cross-lapped microfiber-entangled product having improved strength in multiple directions relative to the film used to produce the cross-lapped microfiber-entangled product. In a different embodiment, microfiber materials or microfiber-forming materials may be woven together and microfibers may be caused to be entangled. In yet a different embodiment, a microfiber material or a microfiber-forming material may be placed in contact with a non-microfiber material or a non-microfiber-forming material, and the microfibers may be caused to entangle the second material.

A microfiber-entangled product may be useful in textiles as textile materials or textile replacement materials. A microfiber material or microfiber-forming material may be twisted, braided, or entwined, etc., optionally with a second material, to form a continuous microfiber-entangled product in the form of a thread, ribbon, yarn, string, rope, twine, or the like. The combination may be processed to cause the materials to be entangled at microfibers, e.g., by microfibrillating the microfiber-forming film, or by other similar processing, to produce a microfiber-entangled material. Such a microfiber material (e.g., a continuous thread, ribbon, or the like) may be processed to produce a thread,

ribbon, yarn, string, rope, or twine, etc., and may optionally be further processed, optionally with other materials, using methods that may include sewing, weaving, stitch-bonding, knitting, crocheting, etc. The microfiber material may be incorporated into such a product optionally with or without other non-microfiber materials normally used for these applications. The non-microfiber materials may include threads, ribbons, fabrics, papers, or the like, prepared from natural or synthetic fibers such as wool, cotton, cellulosic fiber, polyolefin, polyester, aromatic polyamide (Kevlar TM) , or rayon.

Alternatively, a microfiber-entangled product be useful as any of various multi-surface product constructions such as pads, drapes, cloth-like wipes, microfiber mats, and a large variety of others, prepared from a single material or two or more different types of materials having a variety of combinations of properties.

In a specific embodiment, a microfiber-forming material can be combined with, contacted with, or incorporated into another material, and the microfiber-forming material can be microfibrillated, especially by hydroentanglement, to produce microfibers that become entangled with the other material. In this respect, the invention contemplates microfibrillating a portion of microfiber-forming film in contact with another separate material such that microfibers from the portion of microfiber-forming film become entangled with the separate material (referred to herein as a "second material"). The second material may be a microfiber material, a microfiber-forming material of the same or a different composition as the first microfiber-forming material, or the second material can be any other material that can be entangled with the microfibers.

An aspect of the invention relates to a method of forming a microfiber-entangled product. The method includes contacting a microfiber-forming material with a second material and microfibrillating the microfiber-forming material to form microfibers entangled with the second material.

Another aspect of the invention relates to a method of processing microfiber-forming film. The method includes contacting a first portion of microfiber-forming film with a second portion of microfiber-forming film and microfibrillating the first and second portions to produce microfibers of the first portion entangled with microfibers of the second portion.

Another aspect of the invention relates to a method of forming a microfiber-entangled product. The method includes contacting a microfiber material with a second

material and processing the microfiber material to cause microfibers of the microfiber material to entangle the second material.

Still another aspect of the invention relates to a method of forming a microfiber-entangled product. The method includes twisting, braiding, entwining, knitting, or tying, a microfiber-forming material with a second material and microfibrillating the microfiber-forming material to produce microfibers entangled with the second material.

Still another aspect of the invention relates to a method of forming a microfiber-entangled product. The method includes twisting, braiding, entwining, knitting, or tying, a microfiber material with a second material and processing the microfiber material to cause microfibers of the microfiber material to entangle the second material.

Still another aspect of the invention relates to a method of connecting a microfiber-forming film and a second material by entangled microfibers. The method includes contacting the microfiber-forming film with the second material and microfibrillating the microfiber-forming film using a hydroentangling machine to form microfibers of the microfiber-forming film and to entangle the microfibers with the second material.

Yet another aspect of the invention relates to a method of connecting a microfiber material and a second material using entangled microfibers. The method includes contacting the microfiber material with the second material and entangling microfibers from the microfiber material with the second material by hydroentangling.

Yet another aspect of the invention relates to a microfiber-entangled product. The product includes a microfiber material having microfibers entangled with a second material.

Detailed Description

Microfiber materials and microfiber-forming materials, e.g., microfiber-forming films, useful according to the invention include any materials that include microfibers or that can be processed to form microfibers. Several classes of such materials exist. Examples of some of these materials and their methods of production are described in United States Patent Number 6,110,588, U.S.S.N. 09/307,577 filed 5/7/99, and U.S.S.N. 09/602,978 filed 6/23/00.

In general, a "microfiber-forming material" is any material, especially a film, that is capable of forming microfibers to become a microfiber material. ("Microfiber

materials" are materials that have microfibers, e.g., at a surface; a film that includes microfibers is sometimes referred to herein as a "microfiber film.") Microfiber-forming materials are typically made of polymeric materials and have a structure or morphology that includes features which upon mechanical contact will cause a microfiber to be formed from the polymeric film. Properties of a film that facilitate breaking or splitting of the film to form microfibers can include: structural features such as microvoids, spherulites, or other disturbances in the polymer; orientation of the film, especially mono-orientation (uniaxial orientation); multiple layers, especially where an interface at the surfaces of different layers weakens the internal structure of a multi-layer film, and particularly where the layers are very thin; and morphology, such as crystallinity. These properties can be present alone in a film to allow microfibrillation. Alternatively, two or more of the different properties can be present in combination. When combinations of different properties are present, the amount or severity of one or both properties may be reduced relative to the amount or severity of that property that would be necessary to allow microfibrillation if only that single property were present.

Properties that may facilitate microfibrillation can be created in a film during manufacturing of the film to cause the film to be a microfiber-forming film. In general, the described properties and combinations of the properties can be produced in a polymeric film material by selection of one or more of the composition of the film, processing conditions, e.g., during extrusion, and processing conditions after extrusion, possibly including individual steps or combinations of steps such as casting, quenching, annealing, calendering, orienting, solid-state drawing, roll-trusion, and the like.

Polymeric films typically comprise long molecular chains having a backbone of carbon atoms. The theoretical strength of the polymers and the facility with which the surface of a polymer film can be microfibrillated often are not realized due to random orientation and entanglement of the polymer chains. As one method of facilitating microfibrillation, polymer chains can be oriented to be relatively more parallel to one another and partially disentangled. The degree of molecular orientation is generally defined by the draw ratio, which is the ratio of the final length to the original length. This orientation may be effected by a combination of techniques, including the steps of calendering and length orienting.

Microfibrillation of polymeric films or of certain polymeric layers of multi-layer films can be facilitated by orientation, especially with some films, uni-axial orientation. Uni-axial orientation means that the film is lengthened or stretched in one direction relatively more than it is stretched in another direction. By exemplary methods, a film can be stretched in a machine direction while its width is not held, and the film gets longer in length, thinner, and narrower in width. In another exemplary method, the width may be held constant while the length is stretched. In other words, sufficient orientation may be achieved for microfibrillation by inducing a relatively greater amount of orientation in one direction, the machine direction, compared to a lesser degree of orientation in the cross direction.

Crystallinity also affects the ability of a film to form microfibers. A variety of semi-crystalline, crystalline and highly-crystalline can be processed to form microfibers.

Examples of polymeric materials for forming microfiber-forming films can include semicrystalline melt processed films having a maximized crystallinity induced in the polymeric film layer by an optimal combination of casting and subsequent processing such as calendering, annealing, stretching and recrystallization. For polypropylene, as an example, preferred crystallinity can be above 60%, preferably above 70%, most preferably above 75%. The crystallinity may be measured by differential scanning calorimetry (DSC) and comparison with extrapolated values for 100% crystalline polymers. See, e.g., B. Wunderlich, Thermal Analysis, Academic Press, Boston, Mass., 1990.

The films also may contain spherulites to facilitate microfibrillation. See, e.g., United States Patent Number 6,110,588. Many semicrystalline polymers produce spherulites on crystallization, beginning with nucleation through various stages of crystal growth. Spherulites are birefringent, usually spherical structures that are generally observed by optical techniques such as polarizing optical microscopy.

The presence of "microvoids" can also facilitate the formation of microfibers, e.g., as described United States Patent Number 6,110,588. Microvoids are microscopic voids in the film, or on the surface of the film, which occur when the film is unable to conform to deformation, e.g., upon orientation. See also Roger S. Porter and Li-Hui Wang, Journal of Macromolecular Science-Rev. Macromol. Chem. Phys., C35(1), 63-115 (1995).

Any suitable combination of polymer film composition and processing steps and conditions may be used to impart sufficient microscopic structure, e.g., crystallinity,

microvoids, spherulites, multiple layers, orientation, etc., to produce a film that will form microfibers upon microfibrillation. These conditions may include combinations of casting, quenching, annealing, calendering, orienting, solid-state drawing, roll-trusion and the like.

Some specific examples of materials that can be used to prepare a microfiber-forming film are discussed in United States Patent Number 6,110,588. Polymers that may be generally useful include any melt-processable crystalline, semicrystalline or crystallizable polymers.

Useful semicrystalline polymers include high and low density polyethylene, polypropylene, polyoxymethylene, poly(vinylidine fluoride), poly(methyl pentene), poly(ethylene-chlorotrifluoroethylene), poly(vinyl fluoride), poly(ethylene oxide), poly(ethylene terephthalate), poly(butylene terephthalate), nylon 6, nylon 66, polybutene, and thermotropic liquid crystal polymers. Examples of suitable thermotropic liquid crystal polymers include aromatic polyesters that exhibit liquid crystal properties when melted and that can be synthesized from aromatic diols, aromatic carboxylic acids, hydroxycarboxylic acids, and other like monomers. Typical examples include a first type consisting of parahydroxybenzoic acid (PHB), terephthalic acid, and biphenol; a second type consisting of PHB and 2,6-hydroxynaphthoic acid; and a third type consisting of PHB, terephthalic acid, and ethylene glycol. Preferred polymers include polyolefins such as polypropylene and polyethylene which are readily available at low cost and can provide highly desirable properties in microfibrillated articles such as high modulus and high tensile strength.

Preferred semicrystalline polymers can include high density polyethylene, low density polyethylene, polypropylene, polyoxymethylene, poly(vinylidine fluoride), poly(methyl pentene), poly(ethylene-chlorotrifluoroethylene), poly(vinyl fluoride), poly(ethylene oxide), poly(ethylene terephthalate), poly(ethylene naphthalate), poly(buylene terephthalate), nylon 612, nylon 6, nylon 66, polybutene, a thermotropic liquid crystal polymer, a blend of one or more of these polymers with another of these or another polymer, or a copolymer made from any of the listed monomers, and any other listed monomer or a different monomer.

The molecular weight of the polymer can be chosen so that the polymer is melt processable (i.e., extrudable or co-extrudable) under the processing conditions used in extrusion and co-extrusion. For polypropylene and polyethylene, for example, the

molecular weight may be from about 5000 to 499,000 and is preferably from about 100,000 to 300,000.

Still referring to the '588 patent, it describes that any suitable combination of processing conditions may be used to impart crystallinity and orientation to a melt-processed film. Starting with a melt-processed, cast film, for example, the film may be calendered, stretched, oriented, cast, quenched, annealed, drawn, roll-truded, etc. Such processing generally serves to increase the degree of crystallinity of the polymer film as well as the size and number of the spherulites.

The '588 patent describes additional details and recites examples of preferred embodiments of materials techniques, and optional processing steps, that may be used to prepare useful microfiber-forming films, e.g., co-extruded multi-layer films. That description, along with the balance of the present disclosure and knowledge available to a skilled artisan, will enable the production co-extruded microfiber-forming films as described herein.

Another class of microfiber-forming materials that can be co-extruded with one or more other microfiber-forming materials into a multi-layer film, includes microfiber-forming materials described in Assignee's copending patent application USSN 09/602,978, "FIBRILLATED ARTICLE AND METHOD OF MAKING," filed on 6/23/2000. This patent application describes high melt strength polypropylene foams prepared by extruding a foamable mixture comprising a high melt-strength polypropylene and a blowing agent, and orienting in at least one direction.

The high melt strength polypropylene includes homo- and copolymers containing 50 weight percent or more propylene monomer units, preferably at least 70 weight percent, and has a melt strength in the range of 25 to 60 cN at 190°C. Melt strength may be measured using an extensional rheometer by extruding the polymer through a 2.1 mm diameter capillary having a length of 41.9 mm at 190°C and at a rate of 0.030 cc/sec; the strand is then stretched at a constant rate while measuring the force. Preferably the melt strength of the polypropylene is in the range of 30 to 55 cN, as described in WO 99/61520.

The foamable polypropylene may consist of propylene homopolymers or may comprise a copolymer having 50 weight percent or more propylene monomer content. Further, the foamable polypropylene may comprise a mixture or blend of propylene

homopolymers or copolymers with a homo- or copolymer other than propylene homo- or copolymers.

A variety of blowing agents may be used, including physical blowing agents and chemical blowing agents. The amount of blowing agent incorporated into a foamable polymer mixture can be chosen to yield a foam having a void content in excess of 10%, and even in excess of 20%, as measured by density reduction; i.e., 1 – (the ratio of the density of the foam to that of the neat polymer) x 100. Generally, these greater foam void contents can enhance microfibrillation and can produce a greater yield of a microfibrillated surface.

To facilitate microfiber-formation from the film, the film (i.e., its polymer chains) may be oriented along at least one major axis. The stretching conditions can be suitable to increase the crystallinity of the polymer and the void volume of the foam. It has been found that an oriented foam is readily microfibrillated even with a relatively low void content when compared to oriented, unfoamed films, and is readily fibrillated at a lower total draw ratio compared to unfoamed film. In other words, the foam films need not be as highly oriented as non-foam films to achieve microfibrillation.

The foam may be oriented by stretching at a temperature above the alpha transition temperature and below the melting temperature of the polymer. Foams may be stretched in one or both directions to a preferred total draw ratio in the range from 3 to 50. Greater orientation is achievable using foams of small cell size; foams having cell size of greater than 100 micrometers are not readily oriented more than 20 times, while foams having a cell size of 50 micrometers or less may be stretched up to 50 times total draw ratio.

Methods for producing polymeric films, including single layer polymeric films, multi-layer polymeric films, and microlayer films, are well known in the arts of polymeric materials and film processing, and materials such as those just described can be incorporated into those methods to produce microfiber-forming films that include those materials. Examples of useful techniques include extrusion, co-extrusion, lamination, and other known methods of processing films. Useful equipment for producing the films will also be apparent to those of ordinary skill in the art, including extruders, multi-cavity die extruders, laminators, among various others known in the arts of films and film processing, some of them being mentioned herein.

Also well known in the art of polymeric films are subsequent processing techniques for films such as casting, quenching, annealing, calendering, orienting, solid-state drawing, roll-trusion and the like. Using these techniques, suitable equipment, and the present disclosure, a skilled artisan will be able to understand how to prepare microfiber-forming films and microfiber-entangled products according to the invention.

Another type of microfiber-forming film that can be used according to the invention to produce microfiber-entangled products includes those multi-layer films sometimes referred to as "microlayer films." Microlayer films are known in the arts of polymeric films, and are well known for their optical properties. Examples of microlayer film constructions and methods for preparing microlayer films (and some explanation of their uses and principles of their operation) are described, for example, in the following United States Patents: U.S. Patent Numbers 5,269,995, 6,124,971, and 6,101,032. See also Assignee's copending United States Patent Application No. 09/858,253 entitled "Microfiber Films and Articles from Microlayer Substrates," filed on even date herewith.

Constructions of microlayer films are generally understood, and are known for the specialty optic properties. Microlayer films useful in the present invention, while being similar in construction and methods of preparation, are prepared with the idea of forming microfibers from the film, as opposed to providing films with select optical properties.

Microlayer films can be produced from a great variety of polymeric materials co-extruded to form a stack of multiple (preferably a very large number) layers of one or different polymers, copolymers, or mixtures of polymers, having very small, preferably extremely small thicknesses.

The thickness of the total film and the individual layers of a microlayer film can be any thicknesses that will allow microfibrillation. Each of these thickness values may have practical limitations based on processing considerations, such as the total maximum number of layers that can be cast using a co-extrusion process, the minimum thickness of such layers, and the total thickness of a coextruded film that can be either cast or further processed, e.g., calendered.

A microlayer film can include tens, hundreds, thousands, or tens of thousands of layers of the same, similar, or any number of different polymeric compositions, which may be a single polymer, a copolymer, or a mixture of two or more polymers or copolymers. Reasons for choosing a polymer or copolymer as part of a stack can depend

on various factors relating especially to the desired properties of different layers of the stack (e.g., hydrophobicity, oleophobicity, etc.); how those properties relate to other layers of a stack; and the ability of different types of materials to form microfibers; among other factors. For instance, microlayers of two or many more polymeric materials can be included in a single microlayer stack to obtain a microlayer film that can be microfibrillated to produce microfibers with any number of different polymers and properties on a single microfiber surface.

The microlayer film can contain as many materials as there are layers in the stack. For ease of manufacture, preferred stacks may contain only a few different materials, or only one or two.

Examples of useful polymer materials for layers of a microfiber-forming microlayer film can include such polymeric materials as polyethylene naphthalate (PEN); polyesters such as polyethylene terephthalate (PET); amorphous copolyesters, copolymers of PEN such as 90/10 Co-PEN; PETG glassy PET); poly methyl(meth)acrylate and copolymers thereof; polypropylene; polystyrene, atactic polystyrene, polyethylene, fully saturated ethylene/propylene rubber in a polypropylene matrix, metallocene poly(alpha-olefin) ethylene-propylene, ethylene vinyl acetate in polypropylene, maleate grafted polypropylene in polypropylene, and the like.

In certain microfiber-entangled product constructions, an oriented and microfibrillated microlayer film may advantageously contain fibers made up of different polymeric materials. This can mean that different, individual, microfibers of a microfiber material prepared from a microlayer film may be made of different materials, e.g., originating from different layers of the microlayer film. This may also mean that a single microfiber may be made of more than one material, from a single microlayer made of a blend or mixture of polymeric materials. Preferably, the materials that make up microfibers can originate from more than one of the different layers of the microlayer film, with each layer having the same composition or a different composition.

Certain microlayer films can be oriented, especially uni-axially oriented, to cause one or more of the layers to become a microfiber-forming layer.

Microlayer films can be produced using co-extrusion techniques and equipment generally known to the skilled artisan. Generally, according to co-extrusion methods, multiple streams of one or a number of different melt processable materials are divided to

flow through a modular feedblock, which may be further divided into substreams and re-combined into a composite stream that passes through an extrusion die to form a multi-layer film, in which each very thin layer is generally parallel to the major surfaces of adjacent layers.

The number of layers in the film can be selected to achieve desired microfibrillation properties, typically using a minimum number of layers for reasons of film thickness, flexibility and economy. While films having more layers can also be useful, e.g., up to 40,000 layers or more, useful films can typically have fewer than 10,000 layers, more preferably fewer than 5,000, and even more preferably fewer than 2,000 or 1,000 layers.

Typical total thicknesses of cast films, after extrusion but prior to any post-extrusion processing such as lengthening or calendering, can be in the range from about 5 mils (127 μm) to about 400 mils (10,160 μm), e.g., from about 10 mils (254 μm) to about 400 mils (10,160 μm), e.g., 10 to 100 mils (254 μm to 2540 μm), and with the range from about 30 mils (762 μm) to about 65 mils (1651 μm) sometimes being preferred. The thickness of typical layers of a microlayer film, as extruded and prior to subsequent processing such as calendering and stretching, can be any thickness, generally from about 2 microns to about 10,000 microns, with typical thicknesses being approximately in the range from about 2 microns to about 100 microns.

The ability to achieve microfibrillation of a microlayer film can be influenced by the composition of the layers, the number of layers and thickness of each layer, and processing conditions used to prepare the film. In the case of organic polymers which can be oriented by stretching, the films are generally prepared by extruding and orienting by stretching at a selected temperature, optionally followed by heat-setting at a selected temperature. Alternatively, the extrusion and orientation steps may be performed simultaneously. It has been found that microfibrillation of the microlayer films can be achieved by stretching a film substantially in one direction (uniaxial orientation or mono-axial). A uni-axial orientation of 3:1 or more is typically useful.

The invention contemplates microfiber-entangled products that include a microfiber material or a microfiber-forming material physically commingled, e.g., in contact with, one or more of another microfiber material, another microfiber-forming material, or with another similar or dissimilar, e.g., non-microfiber-forming material. The

combination of materials can be chosen to exhibit a combination of properties based on the properties of the different individual materials.

Materials of the microfiber-entangled product (the microfiber materials, microfiber-forming materials, or non-microfiber or non-microfiber-forming materials) can be contacted and/or combined at any time, either before or after a microfiber-forming material is microfibrillated. Entangled microfibers can be achieved by combining or commingling a microfiber material (previously microfibrillated to form microfibers) with a second material (microfiber material, microfiber-forming material, or non-microfiber-forming or non-microfiber material), and then causing the microfibers to become entangled with the second material. Or, a microfiber-forming material can be combined or contacted with any such second material followed by microfibrillation of the microfiber-forming material to produce microfibers and also to cause the microfibers to entangle with the second material.

The invention relates to microfiber-entangled products that include microfibers of a microfiber material entangled with a second material. The second material can be a microfiber material (any material that includes microfibers) or a different material that has a feature, shape, surface or texture with which microfibers from the microfiber material can become entangled.

The invention can be useful to produce a great variety of different product forms, a few of which are mentioned as follows.

One type of microfiber-entangled product is a class of microfiber-entangled products where microfibers from a microfiber material are entangled with other microfibers, which may be from the same piece of microfiber material or from a separate piece of microfiber material. In this embodiment, the second material is itself a microfiber material, and the microfibers from each of the two microfiber materials (whether they are the same piece or two different pieces) become entangled to produce a microfiber-entangled product. The microfiber material of the "second material" can be the same as or different from the first microfiber material. In other words, a microfiber-entangled product can be prepared from two microfiber materials that might be different microfiber materials, similar, or identical.

To produce such a microfiber-entangled product, a portion of microfiber-forming material can be contacted with a different portion of microfiber-forming material. The

different portions of microfiber-forming materials can be microfibrillated to produce microfibers on each portion, and the microfibers from the different portions become entangled with each other to produce a microfiber-entangled product.

The different portions of microfiber-forming materials can be any portions of a microfiber-forming material, e.g., a microfiber-forming film, including edge portions or surface portions. As discussed elsewhere, and as illustrated, e.g., in figures 1 through 3 and others, different portions of microfiber-forming materials that become entangled through their respective microfibers can be portions of a single piece of a microfiber-forming material (see, e.g., figure 1), or can be portions of separate pieces of microfiber forming material (see, e.g., figure 3).

A useful aspect of the invention includes the ability to connect different portions of microfiber materials together using entangled microfibers. An edge portion of a microfiber material can be connected to, e.g., become physically connected, joined, linked, mended, or bonded with an edge or surface of another microfiber material, using entangled microfibers to form a "seam." See, e.g., figures 1, 2, 3, 22, 23, and 24.

Surprisingly, the strength of such a seam, based on entangled microfibers, can be substantially as strong as the strength of bulk portions of microfiber materials, even without using additional bonding materials or bonding techniques such as stitch-bonding or adhesives. Also, in preferred embodiments of microfiber-entangled products, a seam that connects portions of microfiber materials, especially a seam that connects two edges, can blend in very well with the bulk of the microfiber-entangled product. Such a seam can be very difficult to detect visually, with a naked eye, by microscopy (i.e. SEM), or by tensile testing (e.g., the seam may be at least 75% or 90% as strong as the bulk microfiber film).

Figure 2 illustrates a simplified explanation of products and methods of the invention relating to edges of microfiber materials joined with entangled microfibers. Figure 2 shows segments of microfiber material 8 and microfiber material 10 comprising edge portions 14 and 16, respectively. The figure also collectively identifies microfibers 12, some originating from the segment of microfiber material 8 and some originating from the segment of microfiber material 10. According to the invention, the microfibers are entangled to mechanically connect or link edges 14 and 16, forming a seam. See figures 21, 22, and 23.

Surfaces of microfiber materials can also be connected or joined with entangled microfibers. Thus, a microfiber-entangled product can be formed with microfibers of surfaces of microfiber materials being entangled to connect the two surfaces. Such a microfiber-entangled product may be prepared, for example, by contacting two surfaces of microfiber-forming materials and microfibrillating the surfaces to form microfibers at each surface that are entangled with each other.

The microfiber materials can be the same or different microfiber materials. For instance, a microfiber-entangled product may be formed by combining and entangling two or more different materials, e.g., two or more different microfiber materials, to produce a product having a combination of properties derived from the different materials.

Microfibrillation and entanglement can be accomplished separately, using different steps and different processes or equipment, or can be accomplished at approximately the same time or simultaneously. To produce a microfiber-entangled product that has entangled microfiber surfaces, a microfibrillation or separate entanglement step may microfibrillate fully through at least a portion of a microfiber-forming film, and at least partially into another microfiber-forming material in contact with the first portion, to produce microfibers at each surface that are entangled. The microfiber-forming materials can be microfibrillated through the full thickness of one microfiber-forming film to allow fibrillation of at least a surface of a second microfiber-forming film that is in contact with the first. Also optionally, a process can microfibrillate through two or more microfiber-forming films, either by microfibrillating from one side all the way through one film to the surface and through the second film, or by microfibrillating from both sides of contacted microfiber-forming films toward the middle of the films, to produce two microfiber surfaces with entangled microfibers. In general, the degree of microfibrillation may be sufficient to produce microfibers from each of the films, which become entangled.

Figure 4 generally illustrates microfiber-entangled surfaces of microfiber materials. Referring to figure 4, microfiber-entangled product 7 is shown, comprising microfiber material 8 and microfiber material 10 arranged with surfaces that contact each other, together comprising a microfiber-entangled surface. Looking at the area of the cut-out of upper layer 8, microfiber material 10 has a microfiber surface 22 in contact with microfiber surface 24 of microfiber material 8. In this area, microfiber material 8 has been microfibrillated to produce microfibers from microfiber material 8; moreover, microfiber

material 8 has been microfibrillated entirely through, so that microfibers have also been produced on microfiber surface 24 of microfiber material 10. Consequently, a microfiber surface 26 is formed at the surface of microfiber-entangled product 7, wherein microfiber surface 26 includes microfibers from both of microfiber materials 8 and 10. Optionally, microfiber material 10 may also be microfibrillated fully through, to produce a microfiber surface (not shown) at the other (bottom) surface of microfiber material 10, comprising microfibers of microfiber material 10 and optionally further comprising microfibers from microfiber material 8.

Figure 5 illustrates a related embodiment of a microfiber-entangled product comprising a microfiber-entangled surface 26 (as illustrated in figure 4) and additionally comprising a microfiber-entangled edge 29. As with figure 4, the microfiber-entangled product 7a includes a microfiber-entangled surface between microfiber materials 8 and 10. Additionally, figure 5 shows microfiber-entangled product 7a having edges 28 and 30 of microfiber materials 8 and 10, respectively. These edges include microfibers entangled with each other to connect the microfiber materials at the edges, i.e., at a microfiber-entangled edge 29. The overall microfiber-entangled product could include substantially fully microfibrillated edges and surfaces, optionally substantially through the microfiber materials across the entire surface areas and at all edges of both of microfiber materials 8 and 10.

In a variation of the microfiber-entangled products of figures 4 and 5, a microfiber entangled article could include a microfiber-entangled surface (as shown in figures 4 and 5) and instead of a microfiber-entangled edge as shown in figure 5, could include a microfiber-entangled interface between an edge portion of a microfiber material and a surface portion of a microfiber material. Figure 6 illustrates a microfiber-entangled product 9 comprising a microfiber-entangled surface 26 and additionally comprising a microfiber-entangled interface between a surface 31 and an edge 28. As with figure 4, microfiber-entangled product 9 includes a microfiber-entangled surface between microfiber materials 8 and 10. Additionally, figure 6 shows microfiber-entangled product 9 having edge 28 and surface 31 of microfiber materials 8 and 10, respectively. Edge 28 and surface 31 include microfibers entangled with each other to connect the microfiber materials along the interface between the edge 28 and surface 31. The overall microfiber-entangled product could include substantially fully microfibrillated edges and surfaces,

optionally substantially through the microfiber materials across the entire surface areas and at all edges of both of microfiber materials 8 and 10. Edges and surfaces such as these may be present, for example, in embodiments of the invention that include cross-lapping or weaving, such as the articles of figures 7 and 8.

Any of the above microfiber-entangled interfaces of figures 3, 4, or 5, can be produced with a single piece of microfiber material folded to contact different portions of the material -- i.e., different edge portions or surface portions -- or with two or more pieces of microfiber material that are configured to contact different combinations of edge portions and surface portions of the different microfiber materials.

Following are a few examples of how a single piece of microfiber material can be folded or otherwise configured to produce exemplary embodiments of microfiber-entangled products.

In general, any type of microfiber-entangled interfaces could be constructed of a single piece of microfiber material that is looped, folded, or otherwise configured to cause edge-to-edge contact, surface-to-surface contact, or surface-to-edge contact, with microfibers from different surfaces and edges being entangled. A microfiber-forming film may be configured in any manner to contact different portions of the microfiber material, i.e., different combinations of surfaces and edges, and then the microfiber-forming film can be microfibrillated to produce entangled microfibers. Or, a microfiber material may be configured to contact different combinations of surfaces and edges, and then the microfiber material may be processed, e.g., hydroentangled, to entangle the microfibers.

In a particular embodiment of the invention, edges of a single piece of microfiber material can be connected with entangled microfibers. As will be understood, connecting different edges of a single piece of microfiber material can result in a variety of product configurations. Such microfiber-entangled products can be produced, e.g., by contacting edge portions of a single microfiber-forming film and microfibrillating the edge portions to form microfibers from each edge portion, so that microfibers from the different edge portions become entangled.

An example of such a microfiber-entangled product is a single piece of microfiber material connected along edges of the microfiber material by entangled microfibers. This is an example where what is referred to as the "second material" is a microfiber material,

and in fact the "second material" in this instance is actually just a different edge (alternatively area or surface) of the same microfiber material.

Figure 1 shows microfiber-entangled product 2 that is a single piece of microfiber material 6, looped so that microfibers of different edges come into contact at a seam 4.

As will be understood from the figure and this description, a microfiber-forming film could be of a different shape, or could be curved or folded in any other arrangement to connect edges to produce a variety of other types of three-dimensional products, such as longer tubes or cylinders, cones, or any other desired shape or two or three-dimensional form that can be produced by starting with a flat or curved microfiber-forming film.

As opposed to the simple looped configuration of figure 1, a single piece of microfiber material can be formed into various other microfiber-entangled products, using relatively more complex patterns of folds.

One example is a cross-lapped microfiber-entangled product. As background, microfiber materials may have a desired strength in one direction, e.g., a "machine" direction, but less strength in a "cross" direction. Folding or lapping a microfiber material can be done so that areas of microfiber material having the direction of strength (machine direction) directed in one direction, contacting areas of the same microfiber material having a direction of strength in at least a slightly different direction. Stated differently, microfiber-entangled surfaces can be folded to contact portions of a material to exhibit strength in different directions, preferably in substantially perpendicular directions, to give a final microfiber-entangled product construction with good strength in all directions.

As an example, a single piece of continuous microfiber-entangled material can comprise a folded, e.g., cross-lapped microfiber material having microfibers entangled at one or more of its edge and surface interfaces.

A cross-lapped microfiber-entangled product can be prepared by folding a single, preferably continuous, microfiber-forming film so a least one edge portion of the film contacts at least one surface portion of the same film. Typically, continuous edge portions will continuously contact surface portions. Preferably, surface portions will contact other surface portions in a manner that will provide a microfiber-entangled product with improved strength; e.g., in a perpendicular manner, so that cross-direction microfiber-forming film overlaps machine direction microfiber-forming film. The term "cross-lapping" will be understood by those of skill. One way of describing cross-lapping is as

the process of repeatedly folding or lapping a continuous film over itself to produce multiple interfaces between film surface portions and film edge portions. The method can be used to fold a single continuous microfiber-forming film of one thickness and width into a single wider and thicker length of film. E.g., see figure 7 and figure 12, which show a single continuous film of microfiber-forming film 8, of width 5, being repeatedly lapped over itself into a folded spiral to form a cross-lapped microfiber-entangled product 13 of width 11 (microfibers are not specifically shown in figure 7). Edges 15 of microfiber-forming film 8 contact surfaces of the film in a regular, repeating fashion. A different embodiment of a crosslapped film, not shown in either figure, could be prepared by folding without producing a spiral, i.e., making each fold in the same direction such that folds do not loop to form a spiral. In preferred embodiments of either crosslapped article, the folds can be made to provide a uniform thickness of the folded material that is twice the thickness of the film.

A microfiber film that is cross-lapped as in figure 7 can be processed to cause microfibers from different portions of the microfiber film to become entangled, e.g., similar to the microfiber interfaces illustrated in figure 6. Similarly, a cross-lapped microfiber-forming film folded as in figure 7 or 12 can be microfibrillated at one or more of the interfaces, i.e., at one or more of the edge-surface and surface-surface interfaces, to first form microfibers and to entangle the microfibers, forming a microfiber interface as shown in figure 6. Also after production and/or entanglement of the microfibers, e.g., by hydroentanglement, the interface between continuous edge 15 and the surface that contacts continuous edge 15 will be a seam that is difficult to visually detect. See figure 13, which shows the microentangled article produced upon microfibrillating crosslapped the film of figure 12.

Following are examples of how two or more types or different pieces of microfiber material can be used together, e.g., woven, twisted, wound, folded, entwined, or braided together, etc., or otherwise incorporated into or configured with each other to form a variety of microfiber-entangled products.

In general, any type of microfiber-entangled interfaces could be constructed of two or more pieces of microfiber materials situated to cause edge-to-edge contact, surface-to-surface contact, surface-to-edge contact, or any other contact that allows entanglement of microfibers from different portions of microfiber materials.

The microfiber materials can have the same, similar, or entirely different compositions. To produce such a microfiber-entangled product, two or more microfiber-materials or microfiber-forming films may be configured in any manner to contact different portions of the microfiber material or microfiber-forming films, i.e., different combinations of surfaces and edges, and then microfibers can be entangled or microfibers can be formed and entangled.

This aspect of the invention can be useful to produce a variety of useful microfiber-entangled products.

For example, two or optionally many more than two pieces of the same or different microfiber film or microfiber-forming film can be connected along edges to produce a continuous, extended microfiber film with microfiber-entangled edges. In other words, a microfiber-entangled product may be a continuous web of material of relatively long or extremely long length or width, or both, connected by microfiber-entangled seams. Advantageously, the seams can be very difficult to visually detect, and can exhibit a strength that is substantially similar to the strength of a bulk of a microfiber material. A method of producing such a microfiber-entangled product can include first aligning or abutting edge portions of separate microfiber-forming films, and microfibrillating the edge portions to form microfibers at each edge so that microfibers originating from each edge portion become entangled. Alternatively, edges of microfiber films can be aligned or abutted and then processed to entangle microfibers from the different edges.

Figure 3 illustrates a web of connected microfiber materials. Figure 3 shows a series of microfiber material films 18 of relatively greater length versus width. The edges of each web are connected by microfiber-entangled seams 20. With this method, a theoretically endless series of webs 18 could be joined to produce a theoretically endless length of a continuous, virtually seamless, web. Parallel continuous seamless webs could be joined along their length-wise edges to produce films of multiplied widths.

A different example of such a microfiber-entangled product is a woven microfiber-entangled product. As with folded or cross-lapped microfiber-entangled products, woven microfiber-entangled products can take advantage of the directional strength of a microfiber material, i.e., the relative difference in strength of a microfiber material in a "machine" direction versus a "cross" direction. Weaving separate pieces of microfiber material so that areas of microfiber material having the direction of strength (machine

direction) directed in one direction contacting areas of the microfiber material having a direction of strength in at least a slightly different direction, preferably in perpendicular directions, can give a final microfiber-entangled product construction with strength in all directions.

Figure 8 illustrates a woven microfiber-entangled product having strips of microfiber material woven together in a crossing pattern. (See also figure 10.) Such patterns and methods of forming microfiber materials into the patterns are well known and will be apparent to the skilled artisan. Microfibers originating from edge portions of the woven microfiber materials can be entangled with microfibers originating from surface portions. Optionally, microfibers originating from surface portions may also be entangled with microfibers originating from other surface portions. Overall, microfiber-entangled interfaces may look like the microfiber entangled edge-surface interface of figure 6. Figure 10 shows a woven construction before hydroentanglement, and figure 11 shows the same woven construction after hydroentanglement. The photographs show that the hydroentangled woven article can have seams that blend in with the bulk of the article and are therefore difficult to detect, and that the hydroentangled product can exhibit a generally uniform appearance. As stated elsewhere, the crossing pattern provides cross-directional strength to the entire product.

In addition to folding, lapping, cross-lapping, weaving, etc., microfiber-entangled products can be formed into any other of a large variety of configurations, including those available or useful in the fabric, textile, or clothing arts. Thus, microfiber-entangled product constructions may include products that are useful in textile-replacement applications. Such products can be prepared by one or combinations of twisting, braiding, or entwining microfiber materials or microfiber-forming materials and causing entanglement. These types of processing steps can be used to form a microfiber material or a microfiber-forming material having microfibers that are entangled with a second material that may be or may not be a microfiber material, into product constructions that would be conventionally formed by such methods. Examples of useful product constructions may include rope, twine, string, yarn, other extended fibrous materials etc., and eventually, products made from these materials, such as woven or non-woven fabrics, knitted or crocheted materials or items.

As an example of how this might be accomplished, a microfiber-forming film or a (previously microfibrillated) microfiber film may be slit into a continuous ribbon, preferably of a relatively narrow width. The ribbon may be twisted, braided, knitted, tied, or entwined, etc., optionally in combination with a second material, to form an optionally continuous microfiber material in the form of a thread, ribbon, yarn, string, rope, twine, or the like. The combination may be processed to cause the materials to be entangled at microfibers, e.g., by microfibrillating the microfiber-forming film, or by other similar processing, to produce a microfiber-entangled product, optionally one that is also continuous.

Such a resultant continuous microfiber material (e.g., thread, ribbon, or the like), may be processed using conventional methods, in conventional applications that typically incorporate threads, ribbons, yarns, strings, rope, or twine, etc. These methods may include sewing, weaving, stitch-bonding, knitting, crocheting, filament winding, etc. The continuous microfiber material may be incorporated into such a product optionally with or without other non-microfiber materials normally used for these applications. The non-microfiber materials may include threads, ribbons, fabrics, yarns, rovings, or the like prepared from natural or synthetic materials such as wool, cotton, fiber glass, polyester, rayon, polyolefin, polyamide, and aramid.

As with other product configurations specifically discussed above, microfiber materials of microfiber-entangled products useful in textile replacement applications may be microfibrillated at any time that allows for entanglement of the microfibers. A microfiber-forming film may microfibrillated at any time, before or after being combined with or incorporated into a second material, to produce a microfiber material. According to some preferred methods, a microfiber-forming film can be placed into contact with a second material of a textile replacement article, and the combined material can be passed through a microfibrillation process so that microfibrillation and entanglement occur substantially simultaneously.

The above discussion includes language specifically describing microfiber-entangled products prepared from one or more pieces of microfiber materials or microfiber-forming materials, including single pieces folded into contact with themselves, or different microfiber materials in combination with other microfiber materials.

Advantageously, different microfiber materials can be selected based on their different individual properties, and used together in combination to produce a microfiber-entangled product having a combination of desired properties. For example, different microfiber materials can be independently selected and include microfibers or microfiber surfaces that are one or more of hydrophobic; hydrophilic; oleophobic; oleophilic; dielectric; to exhibit a certain mechanical property such as rigidity, flexibility, high or low elasticity, or high or low strength; stain resistant; to give a desired frictional property such as a high coefficient of friction; to provide a desired color or color combination; to provide a desired size of fibers, fibrils, or microfibers, or a desired surface area of a microfiber surface; or a combination thereof.

As a particular example, one microfiber material of a microfiber-entangled product could be selected to be hydrophilic while another microfiber material could be oleophilic. Using different types of materials in a microfiber-entangled product can produce a microfiber-entangled product or article having different properties, and that may be useful, for example, as a pad, a drape, a cloth-like wipe, a microfiber mat, or a large variety of other types of product that contain two or more different types of materials. This could be useful to make a wipe that is both water and oil absorbing.

The invention additionally allows for microfiber-entangled materials that include microfiber materials in combination with another material that is not a microfiber material, i.e., the second material is a "non-microfiber" material. These non-microfiber materials may be any material that can be combined or commingled with a microfiber material such that the microfibers of the microfiber material are entangled with the second, non-microfiber material. One or more of these second materials can be included in any of the microfiber-entangled products described, in combination with one or more microfiber materials.

A second material that is not a microfiber-material can be selected to provide a property or characteristic that is different from or complementary to properties of a microfiber-material. The non-microfiber-forming layer can be selected to give a certain physical or chemical property, such as hydrophobicity, hydrophilicity, etc., for its stain or water resistance, or a mechanical property such as rigidity, flexibility, elasticity. The microfiber-entangled product may exhibit a combination of properties including properties of a waterproof elastomer, and properties of microfiber surfaces, to give an article having

combined properties of a flexible or stretchable microfiber-surface-bearing cloth. A complementary property may be one or more of the following: strength in a cross-web direction of the microfiber-material; a fibrous texture, perhaps including fibers or fibrils that are larger in size than microfibers; screens or textured materials or some other type of reinforcing material. Non-microfiber materials may have some feature that is either fibrous, such as a surface containing relatively larger fibrils (as opposed to microfibers, which are smaller), textured, or otherwise shaped or formed to allow microfibers to become entangled with the second material. Examples of general forms of useful such second materials include materials that are in the form of screens; meshes; open-cell foams; spunbonds; rovings of yarns or filaments; knit, woven, or non-woven (including dry laid, wet laid, spunbonded, and melt-blown) constructions; or any other feature of a size-scale that allows entanglement with a microfiber. Preferred materials can include reinforcing materials such as a scrim, screen, or a different woven or non-woven material or fabric, or a fiber-forming material.

A microfiber-entangled product that includes a second material that is a non-microfiber material can be prepared generally by contacting a microfiber material or a microfiber-forming material with the second material and then processing in a way that will cause entanglement of the second material with the microfibers. One method would be to contact a microfiber-forming film with the second material and then microfibrillate the materials to simultaneously form microfibers and entangle the microfibers with the second material. Alternatively, a microfiber material (already containing microfibers) may be contacted with the second material, and then the microfibers can be caused to entangle the second material, e.g., by hydroentangling.

As just one embodiment, a microfiber-entangled product may include a microfiber material and a fibrous material such as a woven or non-woven scrim or a screen that is entangled with microfibers from one or more microfiber materials. The microfiber-entangled product could be produced by contacting a microfiber material with the fibrous material and processing to cause entanglement of the microfibers and the fibrous material. Alternatively, a microfiber-forming material can be contacted with the fibrous material followed by formation of microfibers and entanglement. Microfiber material or microfiber-forming material may be brought in contact with the fibrous material by a variety of techniques including combining one or more fibers, tows, or webs of microfiber

material or microfiber-forming material with one or more fibers, tows, or webs; dry laying, wet laying; spunbonding; or melt blowing fibers onto microfiber material or microfiber-forming material; and dry laying or wet laying microfiber material or microfiber-forming material onto fibrous material.

Microfiber materials, microfiber-forming materials, and other materials can be incorporated into a microfiber-entangled product by any methods that cause microfibers of a microfiber material to become entangled with a second material; optional methods can first microfibrillate a microfiber to produce microfibers and in the same process step also entangle the microfibers with a second material. Any processing methods that cause microfibers to become entangled with other microfibers or with a different type of a second material, can be useful. Various different methods for entanglement are known. Preferred methods involve microfibrillation and hydroentanglement.

The term "microfibrillation," as used herein, refers to methods of imparting energy to liberate microfibers from a microfiber-forming film. Such methods are well known in the art of processing extruded and co-extruded materials, and include methods of imparting a gaseous fluid using, for example, ultrasound techniques, and methods of imparting liquid fluids such as water, for example using high-pressure water jets. These methods are described generally with respect to the formation of microfibers, for example, in United States Patent Number 6,110,588.

More specifically, a microfiber-forming film may be microfibrillated by imparting sufficient fluid energy to the surface to produce and at least partially release microfibers from the polymer matrix. Optionally, prior to microfibrillation, the film may be subjected to a fibrillation step by conventional mechanical means to produce macroscopic fibers from the highly oriented film, such as by the use of a rotating drum or roller having cutting elements such as needles or teeth in contact with the moving film. Other similar macrofibrillating treatments are known and include such mechanical actions as twisting, brushing (as with a porcupine roller), rubbing, for example with leather pads, and flexing.

The microfiber-forming film is microfibrillated by imparting sufficient fluid energy against a surface to impart a microfibrillated surface, for example, by contacting at least one surface of the film with a high-pressure fluid. The microfibers will typically have a rectangular cross section with a cross sectional aspect ratio (transverse width to thickness) ranging from about 1.5:1 to about 20:1, preferably from 3:1 to 9:1. Preferred

microfibers can also have one or more of the following features or dimensions: an average effective diameter of from 0.01 to 10 microns, preferably of less than 5 microns; an average cross-sectional area of 0.5 μ^2 to 3.0 μ^2, preferably from about 0.7 μ^2 to 2.1 μ^2. Further, the sides of the rectangular shaped microfibers are not normally smooth, but have a scalloped appearance in cross section. Atomic force microscopy reveals that the microfibers are bundles of individual or unitary fibrils, which in aggregate form the rectangular or ribbon-shaped microfibers. Thus, the surface area exceeds that which may be expected from rectangular shaped microfibers. For example, preferred microfiber surfaces may exhibit a surface area of at least 0.25-15 square meters per gram, as measured using an Quantachrome AUTOSORB 1-KR gas sorption instrument (available from Quantachrome Corp., Boynton Beach, FL) with krypton adsorbate.

One method of microfibrillating a film surface is with fluid jets. In this process, one or more jets of a fine fluid stream impact the surface of a microfiber-forming film, which may be supported by a screen or moving belt, thereby releasing the microfibers from the polymer matrix. The degree of microfibrillation is dependent on the exposure time of the film to the fluid jet, the pressure of the fluid jet, the cross-sectional area of the fluid jet, the fluid contact angle, the polymer properties and, to a lesser extent, the fluid temperature.

Any type of liquid or gaseous fluid may be used. Liquid fluids may include water or organic solvents such as ethanol or methanol. Suitable gases such as nitrogen, air or carbon dioxide may be used, as well as mixtures of liquids and gases. Any such fluid is preferably non-swelling (i.e., is not absorbed by the polymer matrix), which would reduce the orientation and degree of crystallinity of the microfibers. Preferably the fluid is water.

The fluid temperature may be elevated, although suitable results may be obtained using ambient temperature fluids. The pressure of the fluid should be sufficient to impart some degree of microfibrillation to at least a portion of the film, and suitable conditions can vary widely depending on the fluid, the nature of the polymer, including the composition and morphology, configuration of the fluid jet, angle of impact and temperature. Typically, the fluid is water at room temperature and at pressures of at least 3400 kPa (500 psi), although lower pressure and longer exposure times may be used. Such fluid will generally impart a minimum of 5 watts or 10 W/cm^2 based on calculations assuming incompressibility of the fluid, a smooth surface and no losses due to friction.

The configuration of the fluid jets, e.g., the cross-sectional shape, may be nominally round, but other shapes may be used as well. The jet or jets may comprise a slot which traverses a section or which traverses the width of the film. The jets may be stationary, while the film is conveyed relative to the jets, the jets may move relative to a stationary film, or both the film and jet may move relative to each other. For example, the film may be conveyed in the machine (longitudinal) direction by means of feed rollers while the jets move transverse to the web. Preferably, a plurality of jets is employed, while the film is conveyed through the fibrillation chamber by means of rollers, while the film is supported by a screen or scrim, which allows the fluid to drain from the microfibrillated surface. The film may be microfibrillated in a single pass, or the film may be microfibrillated using multiple passes past the jets.

The jets may be configured such that all or part of the film surface is microfibrillated. Alternatively, the jets may be configured so that only selected areas of the film are microfibrillated. Certain areas of the film may also be masked, using conventional masking agents to leave selected areas free from microfibrillation. Likewise, the process may be conducted so that the microfibrillated surface penetrates only partially, or fully through the thickness of a single microfiber-forming layer of a multi-layer film, or fully or partially through one or more adjacent microfiber-forming layers of a multi-layer film. If it is desired that the microfibrillated surface extend through the thickness of the film, conditions may be selected so that the integrity of the article is maintained and the film is not severed into individual yarns or fibers.

A hydroentangling machine, for example, can be used to microfibrillate a surface by exposing the film to the fluid jets. Alternatively a pressure water jet, with a swirling or oscillating head, may be used, which allows manual control of the impingement of the fluid jet. Such machines are commercially available. Thus, a microfiber-entangled product may be efficiently produced by placing a microfiber-forming material in contact with another microfiber-forming material or a second material, which may be a microfiber material, a fibrous material, a scrim or screen, or any other of the second materials described herein, and microfibrillating the microfiber-forming film using a hydroentangling machine to form microfibers, wherein the microfibers will become entangled with the second material.

Of course a hydroentangling machine may be used for entangling microfibers that are already present on a microfiber material. Accordingly, a microfiber-entangled product may be produced by placing a microfiber material in contact with another microfiber material or a second material, and hydroentangling the microfibers with a hydroentangling machine.

Microfibrillation or entanglement may be accomplished by other methods as well, as will be understood by the skilled artisan, e.g., by immersing a microfiber material or a microfiber-forming material in a high energy cavitating medium, e.g., and achieving cavitation by applying ultrasonic waves to the fluid. The rate of microfibrillation is dependent on the cavitation intensity. Ultrasonic systems can range from low acoustic amplitude, low energy ultrasonic cleaner baths, to focused low amplitude systems up to high amplitude, high intensity acoustic probe systems.

In the microfibrillation process, whatever type is chosen, most of the microfibers preferably stay attached to the microfiber-forming material (now the microfiber material) due to incomplete release of the microfibers from the polymer matrix.

If desired, adjuvants may be added to the polymer melt to improve the microfibrillation efficiency, such as silica, calcium carbonate or micaceous materials or to impart a desired property to the microfibers, such as antistats or colorants. Further, nucleating agents may be added to control the degree of crystallinity or, when using polypropylene, to increase the proportion of β-phase polypropylene in the crystalline film. A high proportion of β-phase is believed to render the crystalline film more readily microfibrillated. β-phase nucleating agents are known and are described, for example, in Jones, et al., Makromol. Chem., vol. 75, 134-158 (1964) and J. Karger-Kocsis, Polypropylene: Structure, Blends and Composites, vol. 1, 130-131(1994). One such beta nucleating agent is N',N'-dicyclohexyl-2,6-napthalene dicarboxamide, available as NJ-Star NU-100ä from New Japan Chemical Co. Chuo-ku, Osaka. Japan.

The microfibrillated film can be formed into any of a number of different useful end constructions. A couple of examples include cloths or cloth-like materials, e.g., for cleaning; tape backings; filter materials; fibrous mats, thermal and acoustical insulation, single use wipes, adhesive bandages, dielectric strain relief layers for electronic multi-layer assemblies or antenna, composite reinforcement structures, absorptive materials, etc.

EXAMPLES

Test Method I – Thickness Measurement

A model M034A Digital Thickness Gauge (available from SDL America Inc., Charlotte, NC) was used to determine the thickness of microfibrillated films and microfibrillated film seams. The pressure foot was elevated, and the sample was placed on the platform. The measuring platform was zeroed, using the zero control knob under the digital display. The sample was removed, and the indicator showed a negative value. Using the fast speed, the pressure foot was lowered until it was approximately 2 mm above the measuring platform. The speed was switched to slow, and the pressure foot was lowered, using the joystick, until it came into contact with the platform and a pressure of 20 grams was displayed. The digital height gauge was then zeroed. The sample thickness was then measured by raising the pressure foot, placing the sample on the platform, lowering the foot using the slow speed until a pressure of 20 grams was obtained, and reading the thickness from the digital height gauge.

Test Method II – Tensile Strength Measurement

A Model UTSE-2 CHATILLON™ motorized test stand/force gauge (available from John Chatillon & Sons, Inc., Force Measurement Div., Greensbobo, NC) was used to determine the tensile strength of samples with and without a seam. Samples were place lengthwise and centered in the grips with a 5.08 cm gap between the grips. A cross-head speed of 25.4 cm/minute was used. The maximum load and elongation at break were recorded. Three samples were tested, and the mean values for maximum load and elongation were reported.

Film Casting Method

Polypropylene resins (FINA 3374, a polypropylene homopolymer, or FINA 3376, both available from Fina Inc., Dallas, TX) were used. The 3374 was used with 0.1 weight % Hostaperm Red E3B (PV 19), an γ-quinacridone (CAS No. 1-047-16-1, available from Clariant GmbH, Frankfurt, Germany). Resin was extruded into films using a single screw extruder with either a Cloeren die or a single layer die. The Cloeren die was 12.7 cm wide with an orifice gapped to a nominal 2.54 mm, and the single layer die was 121.9 cm wide with an orifice gapped to a nominal 1.78 mm. The polypropylene was fed from the die into

the nip of the bottom and middle rolls of a vertical, 3-roll stack casting line. Nip gaps and roll pressures were set to provide a cast film, exiting the nip of the middle and top rolls, with a thickness of 0.76, 1.27, or 1.68 mm. Roll temperatures were set at either 93.3° C or 98.9° C.

Film Orienting and Voiding Methods

Method A – Cast films were fed from an unwind station into the compressive nip of a first calender (two rolls) at a surface speed of 1.22 m/min, a temperature of 149° C, and a pressure of 2.76 MPa. The film exiting the first calender was fed into a second and third pulling calender set (two rolls in each set) operating at as high a surface speed as possible without breaking the film. The resulting oriented and voided film was wound onto a core under tension.

Method B – Cast films were fed to the surface of the first roll of an s-wrap type calender using the SIGNODE process. The film was fed into the nip of the first roll and a second roll operating at a higher surface speed than the first roll. The gap between the first and second rolls was either 0.0762 mm or 0.152 mm. The film was then fed to a third roll operating at a higher surface speed than the second roll. The first two rolls calendered and sheared the film, and the third roll, additionally, stretched the film. Temperatures and surface speeds of the rolls were as follows:

Roll	Surface Speed (m/min)	Temperature (°C)
First	1.28	130
Second	8.63	120
Third	18.9	140

The resulting oriented and voided film was wound onto a core under tension.

The draw ratios of the oriented and voided films made by either Method A or B were calculated by dividing (density x width x thickness) of the cast film by (density x width x thickness) of the oriented and voided film.

Hydroentangling Method

Hydroentangling was done by subjecting oriented films to high pressure water jets, causing microfibrillation of the films and entanglement of microfibers between film surfaces, edges, and surfaces and edges to form strong structures without binder. A HYDROLACE 350 SYSTEM™ (available from CEL INTERNATIONAL LTD., Coventry, England), operated at a system water pressure of 15 MPa, and equipped with 7 water injector heads, was used to hydroentangle the films. Each injector head was configured with a jet strip having 16.5 holes/cm, with each hole dimensioned 120 μ by 15.2 μ. The injector heads were 0.5 m in length and were mounted four above and three below an open-mesh conveyor perpendicular to the direction of the conveyor; so that each sample passed through the system was subjected to output from all injector heads, with 4.5 m^3 of water delivered from each head. Unless otherwise indicated, a conveyor speed of 2.5 m/min. was used.

Narrow Width Slitting Method

Narrow width slitting was done using a Razor/Score Slitter, Model 325B17 (manufactured by Arrow Converting Equipment Inc., Fairfield, NJ), having a machine width of 0.45 m and a slitting width capability of 0.0806 mm to 11.29 mm. The slitter was equipped with 26 razor blades spaced 0.0806 mm apart. The film was passed through the slitter with a line tension of 1.45 MPa a line speed of 1.5 m/min., and the resulting 24 individual 0.806 mm wide strips were collected onto a core by hand.

Example 1

This Example demonstrates the joining of two films without a visible seam by hydroentangling films with edge to edge contact. Thus, a highly oriented, microvoided film, made by the Film Orienting and Voiding Method A (using a 1.68 mm thick cast film produced from FINA 3374 polypropylene (containing 0.1 weight % Red E3B) by the Film Casting Method with 98.9° C casting rolls), and having a thickness of 0.15 mm, a width of 4.1 cm, a density of 0.733 g/mL, a calculated void content of 18.6%, and a calculated extension ratio of 20.7:1, was cut into two samples having lengths of 4.57 m. The samples were clamped together lengthwise, edge to edge, and subjected to the Hydroentangling Method described above. The resulting sample was found to be comprised of the two

original samples entangled by microfibers originating from each of the samples. This sample was given an additional pass through the hydroentangling system, resulting in a uniformly fibrillated sample without a visible seam. The seam is shown in figures 22, 23, and 24. Thicknesses of the sample in the seam area and the non-seam areas were determined using Test Method I. A thickness of 0.56 mm was found in all areas tested. Test strips (2.54 cm x 10.16 cm) were cut from the sample from the areas on each side of the seam and from the combined areas including the seam crossing the center of the test strips. The tensile and elongation properties of the test strips were determined using Test Method II and the results are shown in Table 1.

Table 1. Tensile and Elongation Properties of Test Strips With and Without Entangled Seam

Test Strip	Maximum Load (N)	Elongation (%)
Area Left of Seam	1.82	109.5
Area Right of Seam	1.95	122.1
Area Including Seam	1.85	109.8

The results in Table 1 show that the seam had essentially the same tensile and elongation properties as the other areas of the sample tested.

Example 2

This Example demonstrates the formation of a dimensionally stable microfibrillated fabric by hydroentangling woven films. Thus, a first highly oriented, microvoided film made with FINA 3374 polypropylene essentially as described in Example 1, but having a width of 7.62 cm, was slit into strips having a width of 12.7 mm, using two razor blades mounted parallel to each other and spaced 12.7 mm apart. A second, highly oriented, microvoided film, made by the Film Orienting and Voiding Method B (using a 0.76 mm thick cast film produced from FINA 3376 polypropylene by the Film Casting Method with 93.3° C casting rolls), and having a thickness of 0.10 mm, a width of 11.4 cm, a density of 0.792 g/mL, a calculated void content of 12%, and a calculated extension ratio of 16.3:1, was similarly slit into strips having a width of 12.7 mm. The first and second film strips were woven together by hand with the first film strips

in the weft (cross direction) and the second film strips in the warp (machine direction). See figure 10. The resulting woven sample was subjected to the Hydroentangling Method. After one pass, microfibers from the edges of the strips were entangled with microfibers from adjacent strips. The woven sample was subjected to five additional passes through the hydroentangling system, alternating the side facing the four injector heads. The resulting completely fibrillated fabric was stable in both weft and wrap directions and was observed to be seamless. See figure 11.

Example 3

This Example demonstrates the formation of a dimensionally stable microfibrillated sheet from two film layers. The highly oriented, microvoided film made with FINA 3374 polypropylene essentially as described in Example 1, but having a width of 5.08 cm, was cross-lapped by spiraling the film around itself at an angle of 30° and flattening the spiraled film. The machine direction of the opposing layers of the resulting two-layer sheet were approximately perpendicular to each other. See figure 12. The sheet was subjected to the hydroentangling method described above. Microfibers from adjoining edges within the resulting microfibrillated sheet were found to be entangled. The microfibrillated sheet was subjected to five additional passes through the hydroentangling system, alternating the side facing the four injector heads. The resulting completely fibrillated fabric sheet was stable in both length and width directions and was observed to be seamless. See Figure 13.

Example 4

This Example demonstrates the formation of a yarn or rope by twisting together microfibrillated films. Thus, a highly oriented, microvoided film made with FINA 3376 polypropylene essentially as described for the second film of Example 2, but having a width of 7.62 cm, was slit into strips using the Narrow Width Slitting Method. See figure 14. Several of the strips were separately subjected to the Hydroentangling Method. After one pass through the hydroentangling system, the strips were partially microfibrillated, and after two passes a more uniform microfibrillation was achieved. See figure 15. Two of the resulting microfibrillated strips were twisted by hand in the S-direction until 1.5 twists per 2.54 cm of strip length was achieved. The resulting twisted, microfibrillated strips

were twisted together by hand in the Z-direction until 1.5 twists per 2.54 cm of length was achieved. See figure 16.

Example 5

This Example demonstrates the formation of a yarn or rope by microfibrillating films twisted together. Two unmicrofibrillated strips of Example 4 were twisted individually and together as in Example 4. See figure 17. The resulting twisted, double strip was subjected to the Hydroentangling Method as in Example 4. The individual strips of the resulting microfibrillated twisted double strip were no longer clearly visible. See figure 18.

Example 6

This Example demonstrates the formation of a hybrid material by microfibrillating a film in contact with a non-microfiber nonwoven. A 4.57 m by 5.08 cm piece of highly oriented, microvoided film used in Example 3 was placed on top of a portion of a larger piece of spunbond polypropylene nonwoven (AVGOL™, 1.5 denier, 30 g/m^2, available from Avgol Nonwoven Industry, Avgol LTD., Holon, Israel). See figure 19. The combined film and nonwoven was subjected to the Hydroentangling Method, resulting in some microfibrillation through the film and some entanglement of the microfibers with the nonwoven. After a second pass through the hydroentangling system complete microfibrillation and entanglement with the nonwoven was achieved. See figure 20. Figure 21 shows a cross-sectional view of the hydroentangled article, which depicts an upper section of fibrils from the non-woven material entangled with a lower portion of microfibers.

Claims

1. A method of forming a microfiber-entangled product, the method comprising contacting a microfiber-forming material with a second material, and microfibrillating the microfiber-forming material to form microfibers entangled with the second material.

2. The method of claim 1 wherein the second material is a microfiber-forming material.

3. The method of claim 1 wherein the second material is not a microfiber-forming material.

4. The method of claim 3 wherein the second material is chosen from the group consisting of a scrim, a screen, a woven fabric, a non-woven fabric, a knit fabric, a spun-bond material, an elastic material, a filament, a yarn, a fiber, or a combination thereof.

5. The method of claim 1 wherein the microfiber-forming film is a microlayer film.

6. A method of processing microfiber-forming film, the method comprising contacting a first portion of microfiber-forming film with a second portion of microfiber-forming film and microfibrillating the first and second portions to produce microfibers of the first portion entangled with microfibers of the second portion.

7. The method of claim 6 wherein the first and second portions of microfiber-forming film are independently chosen from the group consisting of an edge of a microfiber-forming film and a surface of a microfiber-forming film.

8. The method of claim 6 wherein the portions of microfiber-forming film are different portions of the same piece of film.

9. The method of claim 6 wherein the portions of microfiber-forming film are portions of separate pieces of microfiber-forming films.

10. The method of claim 6 comprising aligning an edge portion of one microfiber-forming film with an edge portion of a second microfiber-forming film, and hydroentangling the edge portions to form microfibers which entangle to form a seam that connects the edges.

11. The method of claim 6 wherein a portion is an edge portion and a portion is a surface portion, and microfibers of the edge portion become entangled with microfibers of the surface portion.

12. The method of claim 6 wherein each portion is a surface portion, and microfibers of a surface portion become entangled with microfibers of another surface portion.

13. A method of forming a microfiber-entangled product, the method comprising contacting a microfiber material with a second material, and processing the microfiber material to cause microfibers of the microfiber material to entangle the second material.

14. The method of claim 13 wherein the method comprises processing the microfiber material by hydroentangling.

15. A method of forming a microfiber-entangled product, the method comprising twisting, braiding, entwining, knitting, dry laying, wet laying, or tying, a microfiber-forming material with a second material, and microfibrillating the microfiber-forming material to produce microfibers entangled with the second material.

16. The method of claim 15 wherein the second material is a microfiber-forming material.

17. The method of claim 15 wherein the second material is a non-microfiber-forming material.

18. The method of claim 15 wherein the microfiber-entangled product is chosen from the group consisting of rope, twine, string, yarn, filament, or fiber.

19. The method of claim 15 further comprising forming the microfiber-entangled product into a textile replacement material.

20. The method of claim 15 wherein the textile replacement material is chosen from the group consisting of a non-woven fabric, a woven fabric, a knitted material, a crocheted material, a spunbond material, a filament, a yarn, and a fiber.

21. A method of forming a microfiber-entangled product, the method comprising twisting, braiding, entwining, knitting, or tying, a microfiber material with a second material, and processing the microfiber material to cause microfibers of the microfiber material to entangle the second material.

22. A method of connecting a microfiber-forming film and a second material by entangled microfibers, the method comprising contacting the microfiber-forming film with the second material and microfibrillating the microfiber-forming film using a hydroentangling machine to form microfibers of the microfiber-forming film and to entangle the microfibers with the second material.

23. A method of connecting a microfiber material and a second material using entangled microfibers, the method comprising contacting the microfiber material with the second material and entangling microfibers from the microfiber material with the second material by hydroentangling.

24. A microfiber-entangled product comprising a microfiber material having microfibers entangled with a second material.

25. The product of claim 24 wherein the second material is a microfiber material.

26. The product of claim 25 comprising two or more microfiber films, each having opposed major surfaces, wherein a major surface of one film contacts a major surface of

the other film, and microfibers originating from an edge of one film are entangled with microfibers originating from a surface of another film.

27. The product of claim 24 wherein the second material does not comprise microfibers.

28. The product of claim 27 wherein the second material is a non-microfiber material having a feature that can be entangled with the microfibers, the feature selected from the group consisting of a fibrous feature, a surface texture, and a shape.

29. The product of claim 27 wherein the second material is selected from the group consisting of a screen, a mesh, a spunbond material, a knit material, a woven material, a non-woven material, and a fibrous material.

30. The product of claim 27 wherein the second material is selected from the group consisting of a scrim and a fibrous fabric.

31. A microfiber-entangled product comprising a microfiber material and a second material, the microfiber material and the second material being twisted, braided, tied, or entwined, wherein microfibers of the microfiber material are entangled with the second material.

32. The product of claim 31 wherein the product is chosen from the group consisting of a thread, a ribbon, a yarn, a string, a fabric, a rope, and a twine.

33. The product of claim 31 wherein the second material is chosen from the group consisting of wool, cotton, polyester, rayon, and combinations thereof.

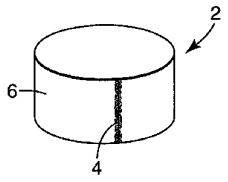


Fig. 1

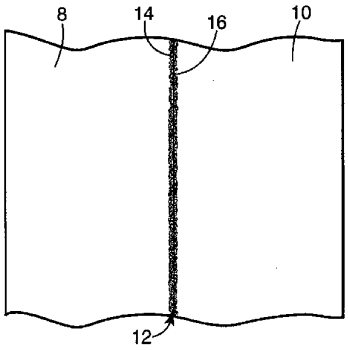


Fig. 2

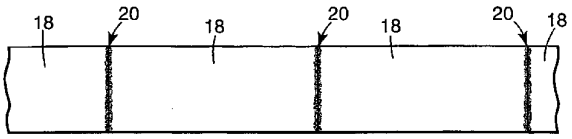


Fig. 3

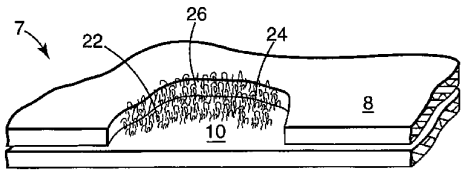


Fig. 4

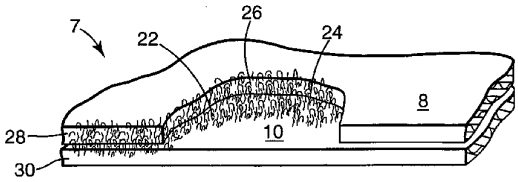


Fig. 5

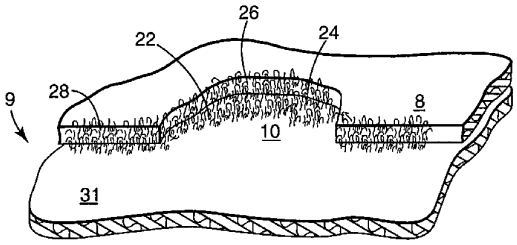


Fig. 6

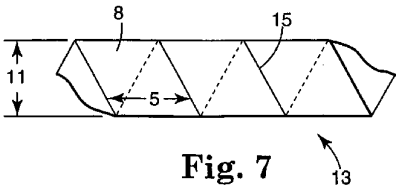


Fig. 7

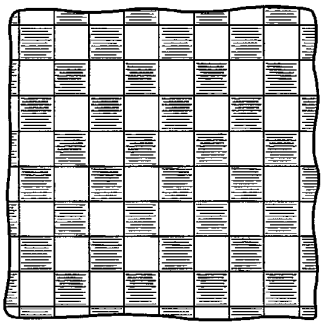


Fig. 8

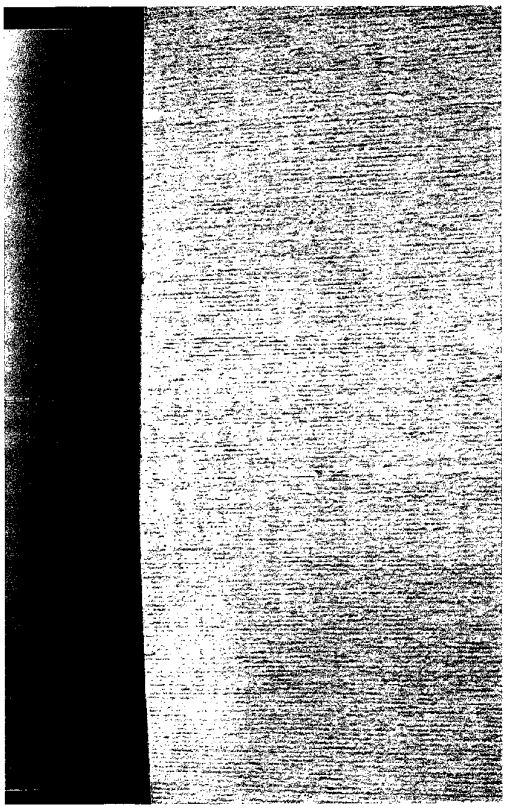


Fig. 9

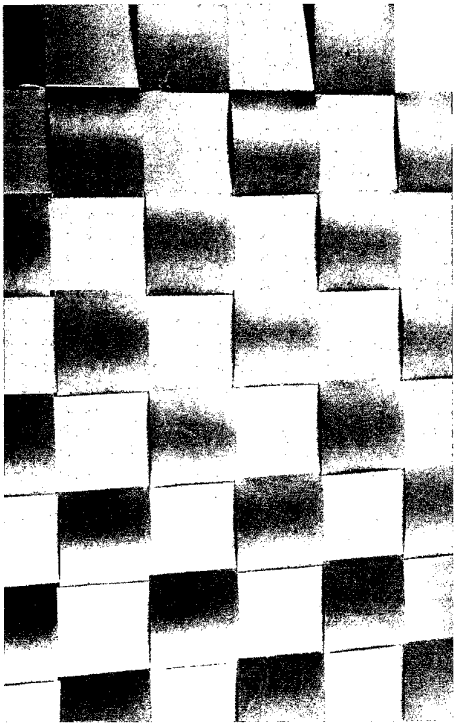


Fig. 10

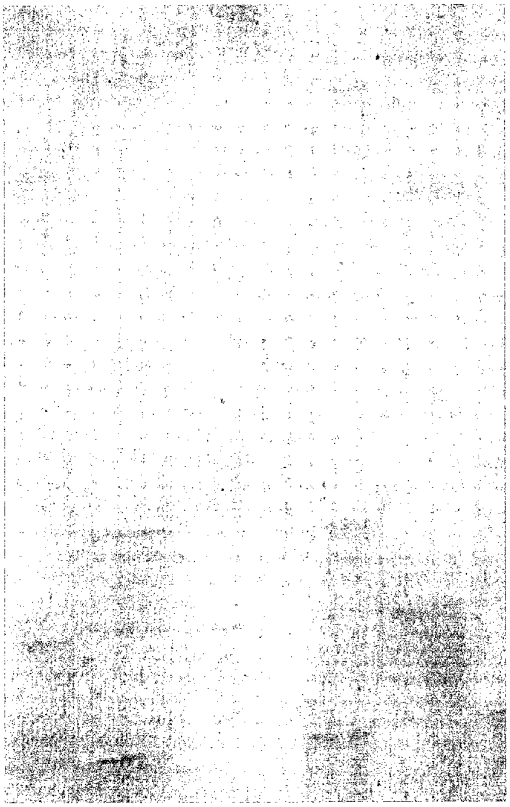


Fig. 11



Fig. 12

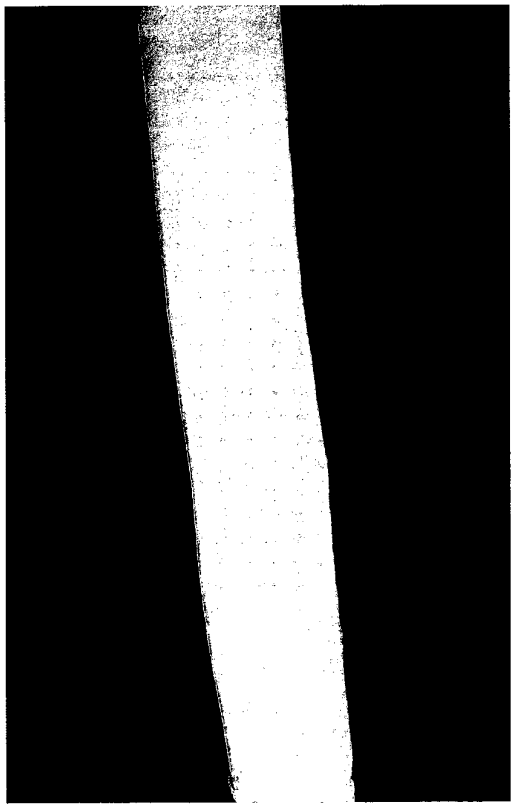


Fig. 13

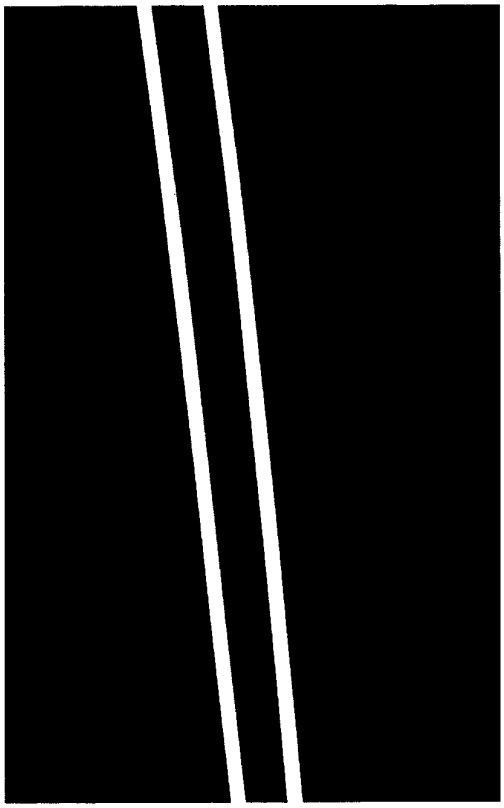


Fig.14

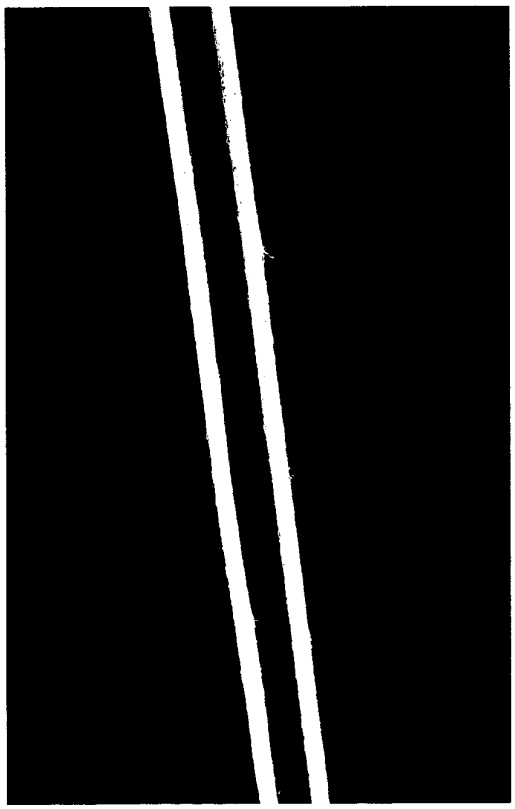


Fig.15

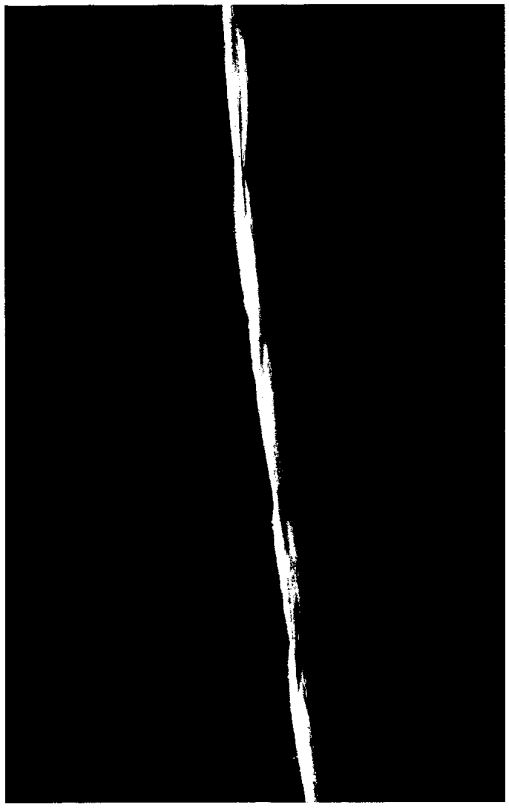


Fig. 16

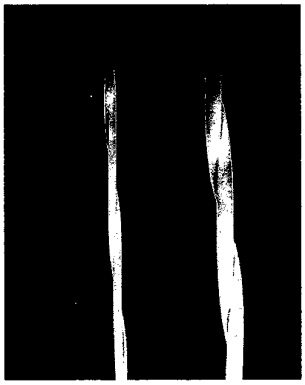


Fig. 17

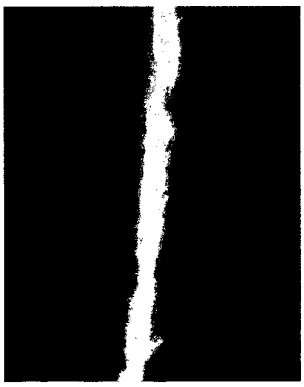


Fig. 18

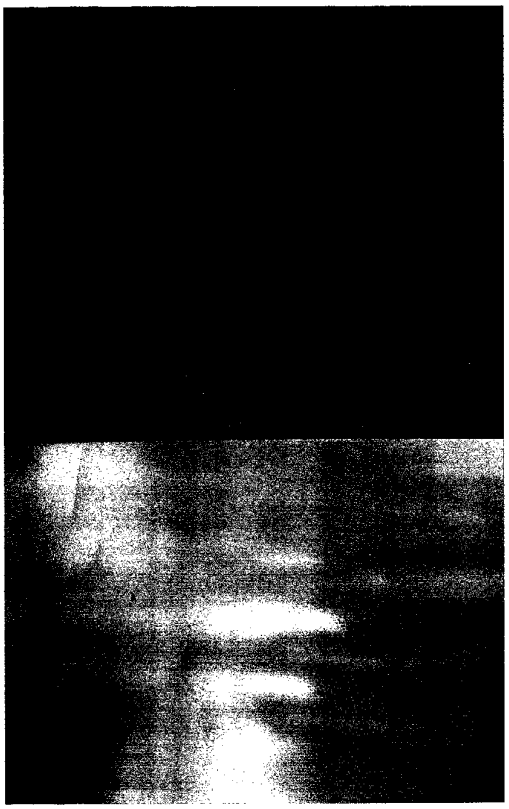


Fig. 19

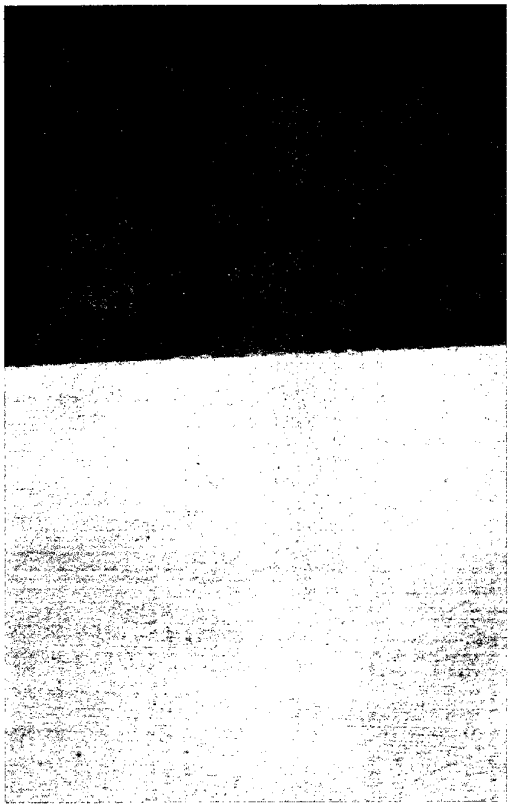


Fig. 20

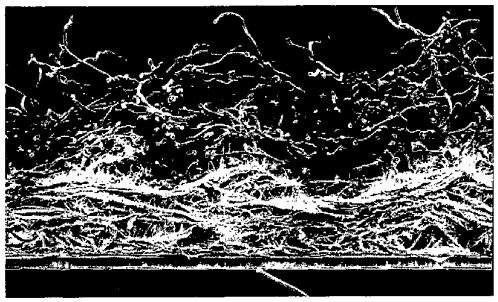


Fig. 21

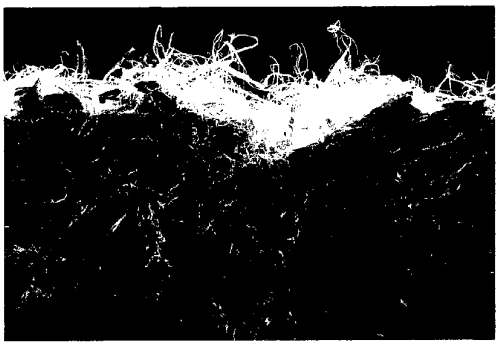


Fig. 22

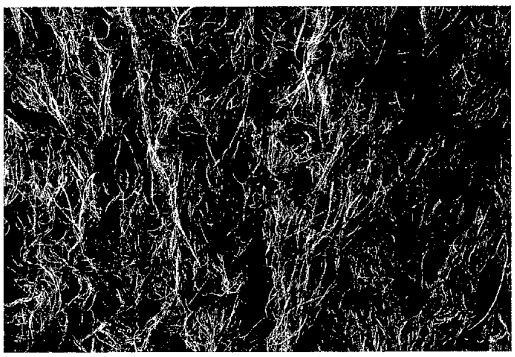


Fig. 23

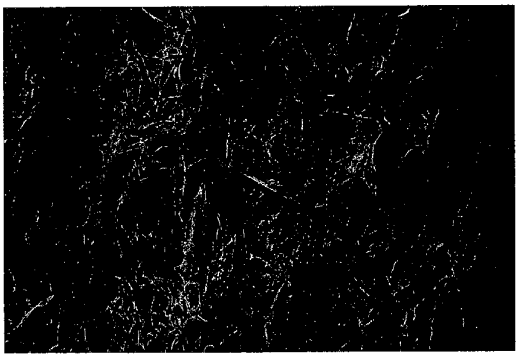


Fig. 24

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

PCT/US 02/09234

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 D04H13/02 D04H1/46 D04H13/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
IPC 7 D04H

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)
EPO-Internal, WPI Data, PAJ

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 4 146 663 A (SHIMA TSUKASA ET AL) 27 March 1979 (1979-03-27) column 3, line 41 -column 4, line 20	1-4, 13-17, 19-21, 23-25, 27-30
X	US 4 973 503 A (HOTCHKISS HARRY W) 27 November 1990 (1990-11-27) column 2, line 14-30	13, 15-18, 20,21, 31-33
X	US 6 071 651 A (CUSICK MICHAEL JOHN ET AL) 6 June 2000 (2000-06-06) column 11, line 42-65; figure 5	13,14

-/--

[X] Further documents are listed in the continuation of box C. [X] Patent family members are listed in annex.

° Special categories of cited documents :

A document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

E earlier document but published on or after the international filing date

L document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

O document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

P document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

T later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

X document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

Y document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

& document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
15 August 2002	27/08/2002

Name and mailing address of the ISA	Authorized officer
European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Barathe, R

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (July 1992)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

PCT/US 02/09234

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category °	Citation of document, with indication,where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 3 458 387 A (GOODWIN ROY D ET AL) 29 July 1969 (1969-07-29) column 2, line 31-41	13
X	EP 1 091 042 A (UNI CHARM CORP) 11 April 2001 (2001-04-11) claims 1,5	24
P,X	US 2001/031594 A1 (SWAN MICHAEL D ET AL) 18 October 2001 (2001-10-18) claims 1,14-16,48,57	1-6,24
P,X	WO 01 96101 A (POLYMER GROUP INC ;PUTNAM MICHAEL J (US)) 20 December 2001 (2001-12-20) page 7, line 13-20	6,10,13, 14,23-25
E	WO 02 052076 A (3M INNOVATIVE PROPERTIES CO) 4 July 2002 (2002-07-04) page 36, line 12-15	1-7, 13-17, 20-24, 27-30
A	US 5 366 362 A (KUMAR SATISH ET AL) 22 November 1994 (1994-11-22) the whole document	1-33
A	EP 0 365 293 A (DU PONT) 25 April 1990 (1990-04-25) the whole document	1-33
A	EP 0 940 499 A (ALBANY INT CORP) 8 September 1999 (1999-09-08) column 3, paragraph 10	1
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 017, no. 052 (C-1022), 2 February 1993 (1993-02-02) & JP 04 263660 A (UNI CHARM CORP), 18 September 1992 (1992-09-18) abstract	1-33
A	DATABASE WPI Section Ch, Week 198652 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class F04, AN 1986-343432 XP002209990 & JP 61 258060 A (TORAY IND INC), 15 November 1986 (1986-11-15) abstract	1-33
A	US 4 514 455 A (HWANG SANG-HAK) 30 April 1985 (1985-04-30) the whole document	1-33

-/--

Form PCT/ISA/210 (continuation of second sheet) (July 1992)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

PCT/US 02/09234

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication,where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 00 46435 A (3M INNOVATIVE PROPERTIES CO) 10 August 2000 (2000-08-10) cited in the application the whole document	1-33
A	WO 00 68301 A (3M INNOVATIVE PROPERTIES CO) 16 November 2000 (2000-11-16) cited in the application the whole document	1-33

Form PCT/ISA/210 (continuation of second sheet) (July 1992)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

PCT/US 02/09234

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 4146663 A	27-03-1979	JP 1311244 C	11-04-1986
		JP 53031866 A	25-03-1978
		JP 60037230 B	24-08-1985
		JP 1376606 C	08-05-1987
		JP 53061766 A	02-06-1978
		JP 61037390 B	23-08-1986
		JP 1363226 C	09-02-1987
		JP 53070173 A	22-06-1978
		JP 61019752 B	19-05-1986
		DE 2737703 A1	02-03-1978
		FR 2362963 A1	24-03-1978
		GB 1585632 A	11-03-1981
		IT 1085966 B	28-05-1985
		SU 906391 A3	15-02-1982
		US RE31601 E	12-06-1984
US 4973503 A	27-11-1990	NONE	
US 6071651 A	06-06-2000	AU 4593697 A	14-04-1998
		DE 69709171 D1	24-01-2002
		DE 69709171 T2	20-06-2002
		EP 0947011 A1	06-10-1999
		US 6108879 A	29-08-2000
		WO 9812759 A1	26-03-1998
US 3458387 A	29-07-1969	NONE	
EP 1091042 A	11-04-2001	JP 2001172851 A	26-06-2001
		AU 4887500 A	12-04-2001
		BR 0004139 A	29-05-2001
		CN 1292446 A	25-04-2001
		EP 1024225 A1	02-08-2000
		EP 1091042 A1	11-04-2001
		JP 2001172850 A	26-06-2001
		TW 412411 B	21-11-2000
US 2001031594 A1	18-10-2001	US 6110588 A	29-08-2000
		US 2001053443 A1	20-12-2001
		AU 6017399 A	25-08-2000
		BR 9917032 A	29-01-2002
		CN 1334886 T	06-02-2002
		EP 1161576 A1	12-12-2001
		WO 0046435 A1	10-08-2000
WO 0196101 A	20-12-2001	AU 6538501 A	24-12-2001
		WO 0196101 A1	20-12-2001
WO 02052076 A	04-07-2002	US 6420024 B1	16-07-2002
		WO 02052076 A1	04-07-2002
US 5366362 A	22-11-1994	US 5174940 A	29-12-1992
EP 0365293 A	25-04-1990	US 4910075 A	20-03-1990
		US 4920001 A	24-04-1990
		AU 619605 B2	30-01-1992
		AU 4297489 A	26-04-1990
		CA 2000974 A1	18-04-1990
		DE 68912267 D1	24-02-1994

Form PCT/ISA/210 (patent family annex) (July 1992)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

PCT/US 02/09234

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)		Publication date
EP 0365293	A		DE	68912267 T2	07-07-1994
			EP	0365293 A2	25-04-1990
			JP	3027167 A	05-02-1991
			SU	1836512 A3	23-08-1993
EP 0940499	A	08-09-1999	US	6194331 B1	27-02-2001
			AU	729916 B2	15-02-2001
			AU	1640399 A	16-09-1999
			BR	9900834 A	11-01-2000
			EP	0940499 A2	08-09-1999
			JP	11323763 A	26-11-1999
			NO	991080 A	06-09-1999
			ZA	9901104 A	03-09-1999
JP 04263660	A	18-09-1992	JP	2025117 C	26-02-1996
			JP	7059787 B	28-06-1995
JP 61258060	A	15-11-1986	NONE		
US 4514455	A	30-04-1985	NONE		
WO 0046435	A	10-08-2000	US	6110588 A	29-08-2000
			AU	6017399 A	25-08-2000
			BR	9917032 A	29-01-2002
			CN	1334886 T	06-02-2002
			EP	1161576 A1	12-12-2001
			WO	0046435 A1	10-08-2000
			US	2001031594 A1	18-10-2001
			US	2001053443 A1	20-12-2001
WO 0068301	A	16-11-2000	US	6331343 B1	18-12-2001
			AU	5905699 A	21-11-2000
			BR	9917290 A	19-02-2002
			CN	1352663 T	05-06-2002
			EP	1177244 A1	06-02-2002
			WO	0068301 A1	16-11-2000
			US	2002034610 A1	21-03-2002

Form PCT/ISA/210 (patent family annex) (July 1992)

フロントページの続き

(81)指定国 AP(GH,GM,KE,LS,MW,MZ,SD,SL,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,MD,RU,TJ,TM),EP(AT,BE,CH,CY,DE,DK,ES,FI,FR,GB,GR,IE,IT,LU,MC,NL,PT,SE,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BR,BY,BZ,CA,CH,CN,CO,CR,CU,CZ,DE,DK,DM,DZ,EC,EE,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,HR,HU,ID,IL,IN,IS,JP,KE,KG,KP,KR,KZ,LC,LK,LR,LS,LT,LU,LV,MA,MD,MG,MK,MN,MW,MX,MZ,NO,NZ,OM,PH,PL,PT,RO,RU,SD,SE,SG,SI,SK,SL,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,UZ,VN,YU,ZA,ZM,ZW

(74)代理人 100082898
弁理士 西山 雅也
(72)発明者 イズタ, トロイ ケー.
アメリカ合衆国, ミネソタ ５５１３３－３４２７, セント ポール, ポスト オフィス ボックス ３３４２７
(72)発明者 ペレス, マリオ エー.
アメリカ合衆国, ミネソタ ５５１３３－３４２７, セント ポール, ポスト オフィス ボックス ３３４２７
(72)発明者 サノッキ, スティーブン エム.
アメリカ合衆国, ミネソタ ５５１３３－３４２７, セント ポール, ポスト オフィス ボックス ３３４２７
(72)発明者 スワン, マイケル ディー.
アメリカ合衆国, ミネソタ ５５１３３－３４２７, セント ポール, ポスト オフィス ボックス ３３４２７

Ｆターム(参考) 3B154 AA02 AA03 AA07 AA11 AB06 AB14 AB20 AB21 AB22 BA48
BB33 BB61 BC07 BE05