



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2012년12월06일
(11) 등록번호 10-1208805
(24) 등록일자 2012년11월29일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
D01D 5/11 (2006.01) *D04H 3/16* (2006.01)

D01D 5/18 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2006-7020454

(22) 출원일자(국제) 2005년04월01일

심사청구일자 2010년03월31일

(85) 번역문제출일자 2006년09월29일

(65) 공개번호 10-2006-0132984

(43) 공개일자 2006년12월22일

(86) 국제출원번호 PCT/US2005/011369

(87) 국제공개번호 WO 2005/098100

국제공개일자 2005년10월20일

(30) 우선권주장
60/558,748 2004년04월01일 미국(US)

(56) 선행기술조사문현

US20006110333 A1

US19965547551 A1

전체 청구항 수 : 총 25 항

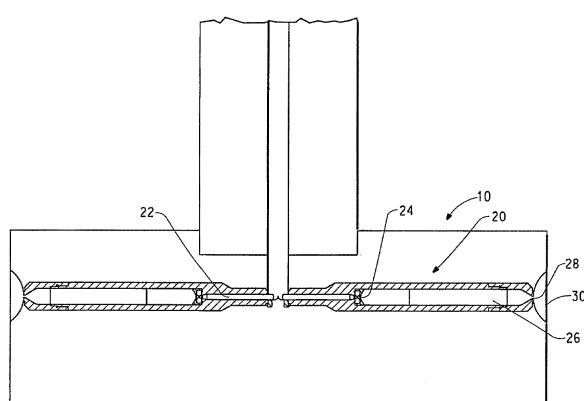
심사관 : 김경효

(54) 발명의 명칭 균일한 물질을 형성하기 위한 회전식 공정

(57) 요 약

랜덤 회선 형태의 단면을 가지는 중합체 피브릴 또는 피브릴과 입자의 조합을 포함하는 얇고 균일한 막 및 그 막의 제조 방법이 개시된다. 막은 복합 시트의 일부로서 또는 독립 구조로서 기재의 표면 상에 있을 수 있다.

대 표 도



특허청구의 범위

청구항 1

랜덤 회선 형태(randomly convoluted)의 단면을 가지는 중합체 피브릴을 포함하며 50 μm 이하의 두께 및 29(g/m^2) $^{1/2}$ 이하의 기계 방향 균일성 지수를 가지는 막.

청구항 2

제1항에 있어서, 2.4 g/m^2 내지 91 g/m^2 의 기본 중량을 가지는 막.

청구항 3

제1항에 있어서, 25 μm 이하의 두께 및 23(g/m^2) $^{1/2}$ 미만의 기계 방향 균일성 지수를 가지는 막.

청구항 4

제1항에 있어서, 1 μm 이하의 두께를 가지는 막.

청구항 5

제1항에 있어서, 17(g/m^2) $^{1/2}$ 미만의 기계 방향 균일성 지수를 가지는 막.

청구항 6

제1항에 있어서, 피브릴이 폴리올레핀, 폴리에스테르, 부분 플루오르화 중합체, 폴리케톤, 중합체 블렌드 및 이들의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택되는 중합체로부터 형성되는 막.

청구항 7

제1항에 있어서, 입자, 중공 입자를 포함하는 발포체, 웹 및 플렉시필라멘트 필름-피브릴 가닥으로 이루어진 군으로부터 선택되는 성분을 하나 이상 추가로 포함하는 막.

청구항 8

제1항에 있어서, 상이한 용점 또는 연화점을 가진 2종 이상의 중합체를 포함하며, 이때 가장 낮은 용점 또는 연화점 중합체가 결합되는 것인 막.

청구항 9

제8항에 있어서, 가장 낮은 용점 또는 연화점 중합체가 전체 중합체 중량의 적은 중량 부분을 구성하는 막.

청구항 10

제8항에 있어서, 폴리에틸렌 및 폴리프로필렌을 포함하는 막.

청구항 11

제8항에 있어서, 폴리에틸렌 및 폴리올레핀 엘라스토머를 포함하는 막.

청구항 12

제1항에 있어서, 셀룰로오스를 추가로 포함하는 막.

청구항 13

제1항에 있어서, 다공성인 막.

청구항 14

제1항에 있어서, 비다공성이 막.

청구항 15

직물 시트, 부직 시트 또는 필름으로 이루어진 군으로부터 선택된 미리 형성된 기재 상에 침착된 제1항에 기재된 막을 포함하는 복합 시트.

청구항 16

- (a) 대기압보다 높은 압력에서 방사제 및 상이한 용점 또는 연화점을 가지는 2종 이상의 중합체를 포함하는 유동화 혼합물을 축 둘레를 회전하는 로터에 공급하는 단계(이때, 상기 로터는 로터 외면을 따라 그 안에 구멍을 포함하는 하나 이상의 물질-배출 노즐을 가진다);
 - (b) 대기압에서 노즐의 구멍으로부터 유동화 혼합물을 주위로 배출하여, 배출된 물질을 소정의 물질 배출 속도로 형성하는 단계;
 - (c) 배출된 물질의 적어도 하나의 성분을 기화 또는 팽창시켜 유체 분출을 형성하는 단계;
 - (d) 배출된 물질의 나머지 성분(들)을 유체에 의하여 로터로부터 멀리 운반하는 단계;
 - (e) 배출된 물질의 나머지 성분(들)을 로터의 축에 동심인 수집 벨트의 수집 표면 상에 수집하여 수집된 물질을 형성하는 단계(이때, 상기 수집 벨트는 상기 물질 배출 속도에 가까운 소정의 수집 벨트 속도로 로터의 회전 축에 평행한 방향으로 이동한다); 및
 - (f) 수집된 물질의 온도를 가장 낮은 용점 또는 연화점 중합체의 온도를 초과하는 온도로 유지시켜 가장 낮은 용점 또는 연화점 중합체가 점착성이 되게 하는 단계
- 를 포함하는 방법.

청구항 17

제16항에 있어서, 수집된 물질이 60°C 내지 280°C의 온도에서 유지되는 것인 방법.

청구항 18

제16항에 있어서, 부직 시트, 직물 시트 또는 필름으로 이루어진 군으로부터 선택된 미리 형성된 시트가 이동하는 수집 벨트 상에 제공되며 배출된 물질의 나머지 성분(들)이 미리 형성된 시트의 표면상에서 수집되는 것인 방법.

청구항 19

제18항에 있어서, 수집된 물질이 미리 형성된 시트의 표면 상에 막 층을 형성하고 막 층은 $50\mu\text{m}$ 이하의 두께 및 $23(\text{g}/\text{m}^2)^{1/2}$ 미만의 기계 방향 균일성 지수를 가지는 것인 방법.

청구항 20

제19항에 있어서, 막 층이 $25\mu\text{m}$ 이하의 두께 및 $17(\text{g}/\text{m}^2)^{1/2}$ 미만의 기계 방향 균일성 지수를 가지는 것인 방법.

청구항 21

제19항에 있어서, 막 층이 $1\mu\text{m}$ 이하의 두께를 가지는 것인 방법.

청구항 22

제18항에 있어서, 수집된 물질 및 미리 형성된 시트를 수집된 물질이 비다공성이 되도록 하기 위해 캘린더링하는 단계를 추가로 포함하는 방법.

청구항 23

제22항에 있어서, 수집된 물질을 미리 형성된 시트로부터 제거하여 막을 형성하는 단계를 추가로 포함하는 방법.

청구항 24

- (a) 대기압보다 높은 압력에서 방사제 중 중합체 용액을 포함하는 0.5 중량% 내지 5 중량%의 농도의 유동화 혼합물을 축 둘레를 회전하는 로터에 공급하는 단계(이때, 상기 로터는 로터 외면을 따라 그 안에 구멍을 포함하는 물질-배출 노즐을 가진다);
- (b) 대기압에서 노즐의 구멍으로부터 유동화 혼합물을 주위로 배출하여, 배출된 물질을 소정의 물질 배출 속도로 형성하는 단계;
- (c) 배출된 물질의 적어도 하나의 성분을 기화 또는 팽창시켜 유체 분출을 형성하는 단계;
- (d) 배출된 물질의 나머지 성분(들)로부터 형성된 불연속 피브릴을 유체에 의하여 로터로부터 멀리 운반하는 단계; 및
- (e) 불연속 피브릴을 로터의 축에 동심인 수집 벨트의 수집 표면 상에 수집하여 50 μm 이하의 두께를 가지는 막을 형성하는 단계(이때, 상기 수집 벨트는 상기 물질 배출 속도에 가까운 소정의 수집 벨트 속도로 로터의 회전 축에 평행한 방향으로 이동한다)

를 포함하는 불연속 피브릴을 포함하는 물질의 형성 방법.

청구항 25

- (a) 대기압보다 높은 압력에서 상이한 중합체 성분들을 포함하는 두 가지 별개의 유동화 혼합물을 축 둘레를 회전하는 로터에 공급하는 단계(이때, 상기 로터는 각각 로터 외면을 따라 그 안에 구멍을 포함하는 둘 이상의 별개의 물질-배출 노즐들을 가진다);
- (b) 대기압에서 별개의 노즐들로부터 두 가지 별개의 유동화 혼합물을 주위로 배출하여, 별개의 배출된 물질을 각각의 노즐로부터 소정의 물질 배출 속도로 형성하는 단계;
- (c) 각각의 별개의 배출된 물질의 적어도 하나의 성분을 기화 또는 팽창시켜 유체 분출을 형성하는 단계;
- (d) 각각의 별개의 배출된 물질의 나머지 성분(들)을 유체에 의하여 로터로부터 멀리 운반하는 단계; 및
- (e) 각각의 별개의 배출된 물질의 나머지 성분(들)을 로터의 축에 동심인 수집 벨트의 수집 표면 상에 수집하여 수집된 물질을 형성하는 단계(이때, 상기 수집 벨트는 상기 물질 배출 속도에 가까운 소정의 수집 벨트 속도로 로터의 회전 축에 평행한 방향으로 이동한다)

를 포함하는 방법.

명세서

기술 분야

[0001]

본 발명은 회전 로터로부터 물질을 배출하고, 불연속 피브릴 또는 불연속 피브릴과 불연속 입자의 조합을 포함하는 섬유 부직 시트 또는 막(membrane)의 형태로 물질의 일부를 수집하는 분야에 관한 것이다.

배경 기술

[0002]

플래시 방사(flash spinning)는 매우 높은 배출 속도를 가진 분무 공정의 예이다. 플래시 방사 공정은, 섬유-형성 물질을 휘발성 유체를 가진 용액(여기에서 "방사제"라고 일컬어짐) 중에서 고온 고압 환경으로부터 저온 저압 환경으로 통과시켜, 방사제가 순간증발 또는 기화되도록 하고, 섬유, 피브릴, 밸포체 또는 플렉시필라멘트 필름-피브릴 가닥 또는 웹과 같은 물질을 생성하는 것을 포함한다. 물질이 방사되는 온도는 방사제의 대기압 비점보다 높고, 그 결과 노즐로부터 배출될 때 방사제가 기화되어 중합체를 섬유, 밸포체 또는 필름-피브릴 가닥으로 고형화시킨다. 플렉시필라멘트 필름-피브릴 가닥 물질의 웹 층을 형성하기 위한 종래의 플래시 방사 공정은 미국 특허 3,081,519호 (블레이즈(Blades) 등), 3,169,899호 (스튜버(Steuber)) 및 3,227,784호 (블레이즈 등), 3,851,023호 (브레타우어(Brethauer) 등)에 개시되어 있다. 그러나, 이러한 종래의 플래시 방사 공정에 의해 형성된 웹 층들은 완벽하게 균일하지는 않다.

[0003]

발명의 요약

[0004]

본 발명은 랜덤 회선 형태(randomly convoluted)의 단면을 가지는 중합체 피브릴을 포함하며 약 50 μm 이하의 두

께 및 약 $29(\text{g}/\text{m}^2)^{1/2}$ 이하의 기계 방향 균일성 지수를 가지는 막에 관한 것이다.

[0005] 다른 구현양태에서, 본 발명은

(a) 대기압보다 높은 압력에서 방사제 및 상이한 용점 또는 연화점을 가지는 2종 이상의 중합체를 포함하는 유동화 혼합물을 소정의 회전 속도로 축 둘레를 회전하는 로터에 공급하는 단계(이때, 상기 로터는 로터 외면을 따라 그 안에 구멍을 포함하는 하나 이상의 물질-배출 노즐을 가진다);

(b) 대기압에서 노즐의 구멍으로부터 유동화 혼합물을 주위로 배출하여, 배출된 물질을 소정의 물질 배출 속도로 형성하는 단계;

(c) 배출된 물질의 적어도 하나의 성분을 기화 또는 팽창시켜 유체 분출을 형성하는 단계;

(d) 배출된 물질의 나머지 성분(들)을 유체에 의하여 로터로부터 멀리 운반하는 단계;

(e) 배출된 물질의 나머지 성분(들)을 로터의 축에 동심인 수집 벨트의 수집 표면 상에 수집하여 수집된 물질을 형성하는 단계(이때, 상기 수집 벨트는 소정의 수집 벨트 속도로 로터의 회전 축에 평행한 방향으로 이동한다); 및

(f) 수집된 물질의 온도를 가장 낮은 용점 또는 연화점 중합체의 온도 초과로 충분한 시간 동안 유지시켜 가장 낮은 용점 또는 연화점 중합체가 점착성이 되게 하는 단계

를 포함하는 방법에 관한 것이다.

[0013] 또다른 구현양태에서, 본 발명은

(a) 대기압보다 높은 압력에서 방사제 중 중합체 용액을 약 0.5 중량% 내지 약 5 중량%의 농도로 포함하는 유동화 혼합물을 소정의 회전 속도로 축 둘레를 회전하는 로터에 공급하는 단계(이때, 상기 로터는 로터 외면을 따라 그 안에 구멍을 포함하는 물질-배출 노즐을 가진다);

(b) 대기압에서 노즐의 구멍으로부터 유동화 혼합물을 주위로 배출하여, 배출된 물질을 소정의 물질 배출 속도로 형성하는 단계;

(c) 배출된 물질의 적어도 하나의 성분을 기화 또는 팽창시켜 유체 분출을 형성하는 단계;

(d) 배출된 물질의 나머지 성분(들)로부터 형성된 불연속 피브릴을 유체에 의하여 로터로부터 멀리 운반하는 단계; 및

(e) 불연속 피브릴을 로터의 축에 동심인 수집 벨트의 수집 표면 상에 수집하여 약 $50\mu\text{m}$ 이하의 두께를 가지는 막을 형성하는 단계(이때, 상기 수집 벨트는 소정의 수집 벨트 속도로 로터의 회전 축에 평행한 방향으로 이동한다)

를 포함하는 불연속 피브릴을 포함하는 물질의 형성 방법에 관한 것이다.

[0020] 또다른 구현양태에서, 본 발명은

(a) 대기압보다 높은 압력에서 상이한 중합체 성분들을 포함하는 두 가지 별개의 유동화 혼합물을 소정의 회전 속도로 축 둘레를 회전하는 로터에 공급하는 단계(이때, 상기 로터는 각각 로터 외면을 따라 그 안에 구멍을 포함하는 둘 이상의 별개의 물질-배출 노즐들을 가진다);

(b) 대기압에서 별개의 노즐들의 구멍들로부터 두 가지 별개의 유동화 혼합물을 주위로 배출하여, 별개의 배출된 물질을 각각의 노즐로부터 소정의 물질 배출 속도로 형성하는 단계;

(c) 각각의 별개의 배출된 물질의 적어도 하나의 성분을 기화 또는 팽창시켜 유체 분출을 형성하는 단계;

(d) 각각의 별개의 배출된 물질의 나머지 성분(들)을 유체에 의하여 로터로부터 멀리 운반하는 단계; 및

(e) 각각의 별개의 배출된 물질의 나머지 성분(들)을 로터의 축에 동심인 수집 벨트의 수집 표면 상에 수집하여 수집된 물질을 형성하는 단계(이때, 상기 수집 벨트는 소정의 수집 벨트 속도로 로터의 회전 축에 평행한 방향으로 이동한다)

를 포함하는 방법에 관한 것이다.

[0027]

정의

- [0028] 용어 "분출" 및 "유체 분출"은 여기에서 기체, 공기 또는 증기를 포함한 유체의 공기역학상의 이동 흐름을 일컫기 위하여 교환 가능하게 사용된다. 용어 "운반 분출" 및 "물질-운반 분출"은 그의 유동 중에 물질을 운송하는 유체 분출을 일컫기 위해 교환 가능하게 사용된다.
- [0029] 용어 "기계 방향"(MD)은 이동 수집 표면의 이동 방향을 일컫기 위해 본원에서 사용된다. "횡 방향"(CD)은 기계 방향에 대해 수직인 방향이다.
- [0030] 본원에서 사용된 용어 "중합체"는 일반적으로 단독중합체, 공중합체 (예컨대 블록, 그라프트, 랜덤 및 교대 공중합체), 삼원공중합체 등, 및 이들의 블렌드 및 변형을 포함하지만, 이에 한정되지 않는다. 또한, 달리 구체적으로 한정되지 않는 한, 용어 "중합체"는, 이소택틱, 신디오택틱 및 랜덤 대칭에 한정되지 않지만 이들을 포함하는, 문자의 모든 가능한 기하 구조를 포함한다.
- [0031] 본원에서 사용된 용어 "폴리올레핀"은 단지 탄소 및 수소로 구성된 대부분의 포화 중합체 탄화수소의 계열을 의미하는 것으로 해석된다. 전형적인 폴리올레핀은, 이에 한정되지 않지만, 폴리에틸렌, 폴리프로필렌, 폴리메틸펜텐 및 에틸렌, 프로필렌 및 메틸펜텐 단량체의 다양한 조합을 포함한다.
- [0032] 본원에서 사용된 용어 "폴리에틸렌"은 에틸렌의 단독중합체 뿐만 아니라, 반복 단위의 85% 이상이 에틸렌과 알파-올레핀의 공중합체와 같은 에틸렌 단위인 공중합체를 포함하는 것으로 해석된다. 바람직한 폴리에틸렌은 저밀도 폴리에틸렌, 선형 저밀도 폴리에틸렌 및 선형 고밀도 폴리에틸렌을 포함한다. 바람직한 선형 고밀도 폴리에틸렌은 약 130°C 내지 140°C의 상한 융점 범위, 약 0.941 내지 0.980그램/cm³의 밀도, 및 0.1 내지 100, 바람직하게는 4 미만의 용융 지수 (ASTM D-1238-57T 조건 E에 의해 정의됨)를 갖는다.
- [0033] 본원에서 사용된 용어 "폴리프로필렌"은, 프로필렌의 단독중합체 뿐만 아니라 반복 단위의 85% 이상이 프로필렌 단위인 공중합체를 포함하는 것으로 해석된다. 바람직한 폴리프로필렌 중합체는 이소택틱 폴리프로필렌 및 신디오택틱 폴리프로필렌을 포함한다.
- [0034] 본원에서 사용된 용어 "방사체"는 플래시 방사될 수 있는 중합체 용액 중의 휘발성 유체를 가리킨다.
- [0035] 본원에서 사용된 용어 "막"은 50μm 미만의 두께의 얇고 균일한 시트 물질을 가리킨다.
- [0036] 여기에서 교환 가능하게 사용된 "피브릴" 및 "불연속 피브릴"은 랜덤 회선 형태의 단면을 가지는 중합체의 불연속 가닥을 가리킨다.

발명의 상세한 설명

- [0042] 이제, 본 발명의 바람직한 구현양태를 상세히 언급할 것이며, 이것의 실시예는 첨부된 도면에 도시한다. 도면 전체에서, 유사한 참조번호는 유사한 요소를 나타내기 위해 사용된다.
- [0043] 종래의 플래시 방사 공정의 한가지 어려움은, 두께 및 기본 중량의 뛰어난 균일성을 가진 제품을 얻을 수 있도록, 완전히 펼쳐진 상태에서 이들이 이동하는 속도로 웹 충을 수집하는 것을 시도하는 것이다. 종래의 방법에서, 노즐로부터 용액이 분사되는 속도 (이것은 또한 웹 충이 형성되는 속도이다)는, 방사체의 분자량에 의존하여 300킬로미터/시간 정도인 반면, 웹 충은 전형적으로 8 내지 22킬로미터/시간의 속도로 이동 벨트 위에 수집된다. 웹 형성 속도와 웹 권취 속도 간의 차이에 의해 공정 내에 도입되는 일부 들어짐은, 웹 충을 횡-기계 방향으로 진동시킴으로써 감을 수 있지만, 이에 의해서는 균일하게 침착된 불연속 피브릴을 얻을 수 없다.
- [0044] 본 발명자들은 분무된 입자가 더욱 균일하게 침착되는 공정, 특히 분포 및 기본 중량의 개선된 균일성을 가진 불연속 피브릴 또는 불연속 피브릴과 불연속 중합체 입자의 조합을 생성하는 공정을 개발하여 왔다.
- [0045] 본 발명자들은, 유체 분출에 의하여 노즐로부터 배출 또는 "방사"되는 불연속 피브릴 또는 불연속 피브릴과 불연속 중합체 입자의 조합의 수집 속도가, 피브릴 또는 불연속 피브릴 및 불연속 입자가 배출되는 속도와 더욱 밀접하게 일치하는 방법, 및 유체 분출에 의하여 회전 노즐로부터 유동화 혼합물을 배출하고 그것에 의해 형성된 고체를 그 고체가 배출되는 속도와 대략 동일한 속도로 수집함으로써, 섬유 시트 물질 또는 막의 형태로 물질을 형성하는 방법을 개발하여 왔다.
- [0046] 본 발명의 방법에서, 적어도 2개의 성분을 포함하는 유동화 혼합물을, 축 둘레를 회전하는 로터에 위치한 노즐에 공급한다. 유동화 혼합물을 대기압보다 높은 압력에서 노즐에 공급한다. 유동화 혼합물을 노즐에 있는 구멍으로부터 고속으로 배출 또는 "방사"하여 배출된 물질을 형성한다. 노즐의 실제 형태는 배출되어지는 물질

및 목적 생성물의 유형에 의존할 것이다. 노즐은 유동화 혼합물을 수용하기 위한 입구 말단 및 배출된 물질로서 혼합물을 배출하기 위해 로터의 바깥쪽 외면으로 열려있는 출구 말단을 갖고 있다. 노즐의 출구 말단으로부터 로터 주위의 낮은 압력 환경으로 배출될 때, 배출된 물질의 성분들의 하나를 즉시 증기상으로 전환시키거나 또는 이미 증기상으로 존재한다면 재빨리 팽창시키고, 배출된 물질의 나머지 성분(들)을 고형화시키고 노즐로부터 분사한다. 바람직하게는, 노즐로부터 배출될 때, 유동화 혼합물의 질량의 적어도 1/2이 기화되거나, 또는 증기로서 팽창된다.

[0047] 여기에서 "고형화된 물질"이라 일컬어지는 배출된 물질의 나머지 성분(들), 즉 배출 시에 즉시 기화되지 않는 고형화된 물질은 불연속 피브릴 또는 불연속 피브릴과 불연속 중합체 입자의 조합의 형태를 취할 수 있다. 고형화된 물질은, 유동화 혼합물의 기화 성분들의 빠른 순간증발 또는 팽창에 의해 형성되어지는, 로터에서 비롯된 고속 유체 분출에 의하여 로터로부터 멀리 운반된다. 유체 분출은 플래시 방사제를 포함하여 증기, 공기 또는 기타 기체를 포함할 수 있다. 고형화 물질이 로터로부터 배출될 때 고형화 물질을 운반하는 유체 분출의 속도는 적어도 약 100피트/초 (30m/s), 바람직하게는 약 200피트/초(61m/s) 초과이다. 고형화된 물질은 물질 및 목적하는 제품의 형태를 위해 적절한 수단에 의해 수집된다. 시트 물질을 원할 때, 로터로부터 특정한 거리로 떨어져 있는 동심 수집 표면인 수집장치가 사용된다. 수집 표면 상에 수집된 물질의 두께의 약 2배에서부터 노즐로부터 약 15cm에 이르는 거리에 수집 표면이 위치할 수 있다. 유리하게는, 수집 표면이 노즐로부터 약 0.5cm 내지 약 8cm의 거리에 위치한다. 수집 표면은 이동 벨트, 또는 이동 벨트에 의해 운반되는 수집 표면일 수 있다. 수집장치는 수집되어지는 특정한 물질에 대해 적절하다면 이동 수집 벨트, 고정 원기둥 구조, 이동 벨트 또는 수집 용기에 의해 운반되는 수집 기재일 수 있다. 배출된 물질이 수집 표면 위에 수집될 때, 배출된 물질의 고형화된 성분(들)이 유체 분출로부터 분리되거나 또는 배출된 물질의 기화 성분이 수집 벨트의 수집 표면 상에 남아 있다.

[0048] 불연속 피브릴 또는 불연속 피브릴과 불연속 입자의 조합을 형성하기 위해 물질을 노즐을 통해 플래시 방사한다. 플래시 방사를 위해 필요한 조건은 미국 특허 3,081,519호 (블레이즈 등), 3,169,899호 (스튜버), 3,227,784호 (블레이즈 등), 3,851,023호 (브레타우어 등) (이들의 내용은 참고문헌으로 여기에 인용된다)로부터 공지되어 있다.

[0049] 중합체 및 방사제의 중합체 용액을 포함하는 유동화 혼합물을, 방사제의 비점보다 높은 온도 및 혼합물을 액체 상태로 유지시키기에 충분한 압력에서 노즐의 입구에 공급한다. 도 1은 노즐(20)을 포함한 본 발명의 방법에서 사용하기 위한 로터(10)의 단면도이다. 노즐은 감퇴 구멍(24)에 중합체 용액을 공급하는 통로(22)를 포함한다. 감퇴 구멍(24)은 중합체와 방사제의 2상 분리 영역에 들어가기 위하여 운점보다 낮은 감퇴 압력에서 중합체 용액을 유지하기 위해 감퇴 챔버(26)로 열려 있다. 감퇴 챔버는 노즐의 출구 또는 구멍으로 열려 있는 방사 구멍(28)에 연결된다. 중합체-방사제 혼합물이 바람직하게는 방사제의 비점보다 높은 온도에서 노즐로부터 배출된다. 혼합물이 배출되는 환경은 바람직하게는 방사제의 비점의 약 40°C 이내, 보다 바람직하게는 방사제의 비점의 약 10°C 이내, 및 노즐 입구에서의 공급 압력에 비해 감소된 압력이다.

[0050] 노즐 내에서 팽창되기 시작하고 노즐로부터 배출될 때 계속 팽창되며, 배출된 물질을 노즐의 출구로부터 고속으로 운반 및 분사하는 유체 분출 (또한 "운반 분출"이라 일컬어짐)에 의해 도움을 받아 노즐(들)(20)로부터 물질이 배출된다. 분출은 충류로서 시작하고 노즐의 출구로부터 일정한 거리에서 난류로 붕괴된다. 배출된 물질 자체의 형태는 분출의 유체 흐름 유형에 의해 결정될 것이다. 분출이 충류로 존재한다면, 난류에서에 비해 배출된 물질이 훨씬 더 고르게 전개 및 분포되고, 따라서 난류의 개시에 앞서서 배출된 물질을 수집하는 것이 바람직하다.

[0051] 물질의 배출 속도는, 물질이 분출에 의해 배출되는 압력 및 온도와 물질이 배출되는 구멍의 구조에 의해 조절될 수 있다.

[0052] 플래시 방사에서, 분출에 의해 물질이 분사되는 배출 속도는, 중합체 용액에서 사용되는 방사제에 의존하여 변한다. 방사제의 분자량이 높을수록 분출의 배출 속도가 더 낮아지는 것으로 관찰되었다. 예를 들어, 중합체 용액 중에서 트리클로로플루오로메탄을 방사제로서 사용하면 약 150m/s의 분출 배출 속도가 얻어지는 것으로 밝혀진 반면, 방사제로서 더 낮은 분자량을 가진 펜탄을 사용하면 약 200m/s의 분출 배출 속도가 얻어지는 것으로 밝혀졌다. 로터로부터 떨어져 방사 방향으로 물질을 배출하는 속도는, 로터의 회전에 의해 유발되는 원심력에 의해서가 아니라 주로 분출 배출 속도에 의해 결정된다.

[0053] 도 1을 참조하면, 노즐(20)의 출구 말단은 미국 특허 5,788,993호 (브라이너(Bryner) 등)(이것의 내용이 여기에서 참고문헌으로 인용된다)에 기재된 것과 같이 슬롯 출구 (여기에서 "팬(fan) 분출"이라고도 일컬어짐)를 임의

로 포함할 수 있다. 팬 분출은 방사 구멍(28)의 바로 하류에 있는 2개의 대향 면(30)에 의해 한정된다. 이러한 팬 분출을 사용하면, 방사 구멍을 통해 물질-운반 분출이 배출되어 슬롯의 폭을 가로질러 살포된다. 유체 분출은, 슬롯의 배향에 의해 결정되는 상이한 방향으로 물질을 살포시킨다. 본 발명의 하나의 구현양태에 따르면, 슬롯은 주로 축 방향으로 배향되고, 이것은 물질을 축 방향으로 살포시킨다. 이에 의해, 물질이 배출될 때 물질이 고르게 분포된다. "주로 축 방향에서"란, 로터의 축의 약 45도 이내에 슬롯의 장축이 존재함을 의미한다. 원한다면, 대안적으로, 노즐(20)의 슬롯 출구는 일반적으로 비-축 방향으로 배향될 수 있다. "비-축 방향"이란, 슬롯의 장축이 로터의 축으로부터 약 45도보다 큰 각에 존재함을 의미한다.

[0054] 노즐 출구는 주로 방사상 또는 비-방사상 방향으로 향할 수 있다. 노즐 출구가 방사상 방향으로 향할 때, 노즐이 비-방사상으로 향할 때에 비하여, 운반 분출은 배출된 물질을 로터로부터 더 멀리 보낼 수 있다. 이것은, 수집장치가 로터에 동심인 로터로부터의 특정한 거리 또는 틈새에 위치하고 물질이 수집되기 위해서는 이 틈새를 가로질러야 하는 경우에, 특히 중요해진다. 노즐 출구는 회전 방향으로부터 떨어진 방향에서 이것이 비-방사상으로 향하도록 배향될 수 있다. 이경우에서 배출된 물질이 동심 수집장치 위에 수집될 때, 물질이 로터 주위를 감싸는 것을 피하기 위해서는 로터와 수집장치 사이의 틈새를 최소화해야 한다. 이 경우에, 분출의 배출 속도는 로터의 외면에서의 접선 속도와 대략 비슷해야 하고, 틈새는 실제만큼 많이 최소화되어야 한다. 본 발명의 구현양태의 장점은, 유체 분출의 난류 개시에 앞서서, 물질이 배출되는 속도와 거의 동일한 속도에서 물질이 수집된다는 것이다. 그 결과, 매우 균일하게 분포된 제품이 얻어진다.

[0055] 본 발명의 하나의 구현양태에서, 수집 벨트의 이동 방향으로 향하도록 노즐 출구가 배향될 수 있다.

[0056] 로터가 다수의 노즐을 갖고 있는 본 발명의 구현양태에서, 노즐이 축 방향으로 간격이 떨어져 있을 수 있다. 노즐은 서로 간격이 떨어져 있을 수 있고, 따라서 노즐로부터 배출된 물질은 목적 생성물에 의존하여 인접한 노즐로부터 배출되는 물질과 겹치거나 겹치지 않는다. 본 발명의 하나의 구현양태에서, 팬 분출의 폭이 일정하게 유지되고, 구멍들 간의 거리가 각각의 분출의 폭을 정수로 곱한 값과 대략 같을 때, 매우 균일한 제품 외형이 얻어진다는 것을 알아내었다.

[0057] 대안적으로, 노즐은 로터의 외면 주위에서 원주에 걸쳐 간격이 떨어져 있을 수 있다. 이러한 방식으로, 로터 높이를 증가시키지 않고도 더 많은 층이 형성될 수 있다.

[0058] 섬유 물질이 팬 분출로부터 배출될 때, 분출 배향은 기계 및 횡 방향에서 성질의 균형에 영향을 주는 일반적인 섬유 정렬을 부여할 수 있다. 다수의 노즐이 사용되는 본 발명의 하나의 구현양태에서, 분출의 일부가 축 방향 또는 로터의 축으로부터 약 20 내지 40도로 기울어져 있고, 분출의 일부는 축에 대해 반대 방향으로 동일한 각으로 기울어져 있다. 분출의 일부가 로터 축에 대해 서로로부터 반대 각으로 배향된다면, 그의 특성에서 더욱 균형을 이루고 방향성이 적은 생성물이 제공된다.

[0059] 도 2는, 경질 프레임(13)에 의해 지지된 회전 샤프트(14) 상에 장착된 로터 본체(10)를 포함하는, 본 발명의 방법을 수행하기 위한 장치(40)의 하나의 가능한 구조를 나타낸다. 회전 샤프트(14)는 중공형이고, 따라서 유동화 혼합물이 로터에 공급될 수 있다. 로터의 외면을 따라서 구멍(12)이 존재하고 이를 통해 물질이 배출된다. 노즐로부터 배출시에 기화되지 않는 배출된 물질의 성분(들)은, 다공성 수집장치(17) 위를 통과하는 이동 벨트 (도시되지 않음) 위에 수집된다. 다공성 수집장치(17) 위를 통해 진공을 뽑아내기 위해 수집장치를 진공 박스(18)로 둘러싸고, 이에 의해 이동 벨트의 수집 표면 상에 배출된 물질을 고정시킨다. 샤프트(14)를 따라서, 고정부위(15a) 및 회전부위(15b)를 포함하는 회전 밀봉부와 베어링(16)이 존재한다.

[0060] 노즐 구조는 노즐로부터 배출되는 덩어리의 분포에 영향을 미칠 수 있고, 이에 의해 물질 분포의 균일성에 기여 한다. 유체 분출의 살포는, 배출된 고형화 피브릴 또는 피브릴과 입자를 전개시킨다.

[0061] 배출되어지는 물질이 중합체를 포함할 때, 노즐의 온도는 적어도 중합체의 융점 또는 연화점 만큼 높은 수준으로 유지되는 것이 바람직하다. 노즐은 전기저항성, 가열된 유체, 증기 또는 유도 가열을 포함한 임의의 공지된 방법에 의해 가열될 수 있다.

[0062] 노즐로부터 배출되는 운반 분출은, 한쪽 면에서 자유롭거나 억제되지 않거나, 양쪽 면에서 자유롭거나, 또는 노즐로부터 배출시에 특정한 거리 만큼만 양쪽 면 위에서 억제될 수 있다. 노즐의 출구 슬롯에 평행하게 설치된 판에 의하여 한쪽 또는 양쪽 면 위, 바람직하게는 로터의 회전에 대해 로터 바깥쪽의 고정 우세지점으로부터 "상류" 또는 슬롯의 앞에서 분출이 억제될 수 있다. 이들은 코안다 호일로서 작용하고, 그 결과 분출을 인도하는 호일에 근접하여 형성된 저압 대역에 의하여 운반 분출이 스스로 호일에 부착된다. 이러한 방식으로, 분출이 자유로울 때 일어나는 것과 마찬가지로, 운반 분출이 호일에 의해 구속된 면(들) 위의 대기와 혼합되는 것이

방지된다. 따라서, 호일을 사용하면 더욱 고속의 분출이 생겨난다. 이것은, 분출에서의 난류 개시 전에 물질이 수집장치로 분사된다는 점에서, 노즐 출구와 수집장치 사이의 거리를 감소시키는 것과 동일한 효과를 갖는다.

[0063] 호일은 고정될 수 있거나 진동을 유발할 수 있다. 진동 호일은 물질이 분포되는 고속으로 진동하는 것을 돋기 때문에 제품 형성을 향상시킨다. 배출된 물질의 과다공급을 거스르기 위해서는, 이것은 낮은 회전 속도에서 특히 도움이 될 것이다. 호일은 웹이 호일을 나올 때 적어도 웹의 전개 폭 만큼 넓은 것이 유리하다.

[0064] 본 발명의 방법에 따르면 여러 유형의 유동화 혼합물이 공급될 수 있다. "유동화 혼합물"이란, 그의 임계 압력보다 높은 압력에서 액체 상태 또는 유체 상태인 조성물을 의미하며, 혼합물은 적어도 2개의 성분들을 포함한다. 유동화 혼합물은 균질한 유체 조성물, 예컨대 용매 중의 용질의 용액, 불균일 유체 조성물, 예컨대 2개 유체의 혼합물, 또는 다른 유체 중의 하나의 유체 방울의 분산액, 또는 압축된 증기상 중의 유체 혼합물일 수 있다. 본 발명의 방법에서 사용하기 위해 적절한 유동화 혼합물은 하기 기재된 것과 같이 방사제 중에 중합체의 용액을 포함할 수 있다. 유동화 혼합물은 유체 중의 고체 입자의 분산액 또는 혼탁액, 또는 유체 중에 고형 물질의 혼합물을 포함할 수 있다. 본 발명의 다른 구현양태에서, 물질은 고체-유체 유동화 혼합물이다. 본 발명의 방법은, 펠프 및 물의 혼합물을 로터에 공급하고, 충분한 압력을 공급하여 노즐로부터 로터에서 특정한 거리에 위치한 수집장치까지 혼합물을 분사함으로써 종이를 제조하기 위해 사용될 수 있다. 본 발명의 다른 구현양태에서, 고체 물질, 예컨대 펠프, 및 유체, 예컨대 물의 혼합물을 유체의 비점 이상의 온도 및 유체를 액체 상태로 유지하기에 충분히 높은 압력에서 로터에 공급한다. 노즐을 통해 통과될 때, 유체가 기화되어, 수집 표면의 방향에서 고체 물질을 분사 및 살포시킨다. 바람직한 구현양태에서, 물질이 분사되는 환경 및(또는) 수집 표면은 유체의 비점 근처의 온도로 유지되고, 그 결과 유체의 응축이 최소화된다. 유리하게는, 환경을 유체의 비점의 약 40°C 이내의 온도, 보다 유리하게는 유체의 비점의 약 10°C 이내의 온도로 유지시킨다. 환경을 유체의 비점 이상 또는 이하로 유지할 수 있다.

[0065] 본 발명의 구현양태에서 사용될 수 있는 중합체는 폴리에틸렌, 저밀도 폴리에틸렌, 선형 저밀도 폴리에틸렌, 선형 고밀도 폴리에틸렌, 폴리프로필렌, 폴리부틸렌 및 이들의 공중합체를 포함한 폴리올레핀을 포함한다. 본 발명에서 사용하기 위해 적절한 다른 중합체 중에서, 폴리(에틸렌 테레프탈레이트), 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트), 폴리(부틸렌 테레프탈레이트) 및 폴리(1,4-시클로헥산디메탄올 테레프탈레이트)를 포함한 폴리에스테르; 에틸렌-테트라플루오로에틸렌, 폴리비닐리덴 플루오라이드 및 ECTFE, 에틸렌과 클로로트리플루오로에틸렌의 공중합체를 포함한 부분 플루오르화 중합체; 및 E/CO, 에틸렌과 일산화탄소의 공중합체, 및 E/P/CO, 에틸렌, 폴리프로필렌 및 일산화탄소의 삼원공중합체와 같은 폴리캐トン을 포함한다. 폴리에틸렌 및 폴리에스테르의 블렌드, 및 폴리에틸렌 및 부분 플루오르화 플루오로중합체의 블렌드를 포함한 중합체 블렌드가 본 발명의 부직 시트에서 사용될 수 있다. 모든 중합체 및 중합체 블렌드를 방사제에 용해시켜 용액을 형성한 다음, 이것을 플렉시필라멘트 필름-피브릴의 부직 시트에 플레이시 방사할 수 있다. 적절한 방사제는 클로로플루오로카본 및 탄화수소를 포함한다. 본 발명에서 사용될 수 있는 적절한 방사제 및 중합체-방사제 조합은 미국 특허 5,009,820호; 5,171,827호; 5,192,468호; 5,985,196호; 6,096,421호; 6,303,682호; 6,319,970호; 6,096,421호; 5,925,442호; 6,352,773호; 5,874,036호; 6,291,566호; 6,153,134호; 6,004,672호; 5,039,460호; 5,023,025호; 5,043,109호; 5,250,237호; 6,162,379호; 6,458,304호; 및 6,218,460호(이들의 내용은 여기에서 참고문헌으로 인용된다)에 기재되어 있다. 본 발명의 구현양태에서, 방사제는 중합체-방사제 혼합물의 약 90중량% 이상, 또는 혼합물의 약 95중량% 이상, 및 심지어 혼합물의 약 99.5중량% 이상이다.

[0066] 불연속 피브릴 또는 불연속 중합체 입자와 조합된 불연속 피브릴을 포함하는 막을 제조하기 위해, 유동화 혼합물은 방사제 중의 중합체 또는 중합체 블렌드의 용액인데, 이 용액은 불연속 피브릴이 노즐(들)로부터 배출되기 전에 충분히 낮은 농도, 전형적으로 약 0.5 중량% 내지 약 5 중량%의 농도를 가지며, 이 농도는 사용되는 특정 중합체(들) 및 방사제에 좌우된다. 이론에 구속되지 않고, 본 발명자들은, 불연속 피브릴을 형성하기 위해서는, 용액이 방사제 상 내에서 중합체로 분리된 노즐의 감퇴 챔버 내의 중합체 상이 불연속이어야 한다고 이해한다.

[0067] 명백하게, 당업자라면 상기 언급된 액체 혼합물의 바람직한 구현양태를 수용하기 위하여 노즐(20)의 구조 (도 1)를 변화시킬 필요가 있을 수 있다는 것을 이해할 것이다.

[0068] 수집 표면 상에 수집되는 동안 또는 후속 가공 동안, 고형화 중합체 물질은 합체되어 다공성 또는 비-다공성 막을 형성할 수 있다. 이 물질은 피브릴 또는 불연속 중합체 입자와 불연속 피브릴의 조합을 포함할 수 있다. 막의 피브릴은, 도 4에 나타낸 바와 같이, 랜덤 회선 형태의 단면을 가지며, 이때 회선 형태의 단면을 가지는 본 발명의 피브릴은 원형 단면을 가지는 피브릴의 통상적인 스펜레이스 상에 침착된다. 물질은 또한 피브릴 또

는 입자와 퍼브릴의 조합 및 중공 입자를 포함하는 발포체, 웹, 및/또는 플렉시필라멘트 필름-퍼브릴 가닥을 포함할 수 있다. 본 발명에 따른 막은 약 $50\mu\text{m}$ 이하, 또는 약 $25\mu\text{m}$ 이하, 또는 심지어는 약 $1\mu\text{m}$ 이하의 두께, 및 약 $5(\text{oz}/\text{yd}^2)^{1/2}$ ($29(\text{g}/\text{m}^2)^{1/2}$) 이하, 또는 심지어는 약 $3(\text{oz}/\text{yd}^2)^{1/2}$ ($17(\text{g}/\text{m}^2)^{1/2}$) 이하의 기계 방향 균일성 지수 (MD UI)를 가진다. 이와 비교하여, 상품명 타이벡(Tyvec)^(R)으로 판매되는 상업적으로 입수 가능한 등급의 플라스틱-방사된 폴리올레핀 시트는 16 내지 $22(\text{oz}/\text{yd}^2)^{1/2}$ (93 내지 $128(\text{g}/\text{m}^2)^{1/2}$)의 MD UI를 가진다.

[0069] 고도로 균일한 막을 형성하기 위해, 로터의 회전 속도는 약 1000rpm 초과, 또는 심지어는 약 2000rpm 초과이다. 막에 구멍이 나는 것을 방지하기 위해, 공정은 유리하게는 진공의 고정시키는 힘의 막 상의 충격이 최소화도록 최소 수준의 진공하에서 진행된다.

[0070] 놀랍게도, 본 발명의 방법에 의해 제조된 막은 다공성이다. 다공도의 수준이 원하는 공기 투과율을 제공하지 못한다면, 막은 공지된 수단, 예컨대 캘린더링을 사용하여 후속하여 마지막 처리될 수 있다. 예를 들면, 비단 공성 막을 원한다면, 물질은 막을 비단 공성이도록 하기에 충분한 온도 및 압력에서 열적 캘린더링을 사용하여 결합될 수 있다.

[0071] 본 발명의 대안적인 구현양태에서, 고형화 배출 물질을 내부 표면(여기에서, 이것을 동심 수집장치의 "수집 표면"이라 일컫는다)위에서 로터의 외면으로부터 방사상 방향으로 수집한다. 수집장치는 관통된 금속 시트 또는 경질 중합체로부터 만들어진 고정 원기둥 다공성 구조물일 수 있다. 수집장치를 마찰감소 코팅, 예컨대 플루오로중합체 수지로 코팅할 수 있거나, 또는 수집된 물질과 수집 표면 사이의 마찰 또는 저항을 감소시키기 위해 진동시킬 수 있다. 원기둥 구조물은 바람직하게는 다공성이고, 따라서 수집장치에 물질이 고정되는 것을 돋기 위하여 수집될 때 진공을 물질에 가할 수 있다. 하나의 구현양태에서, 원기둥 구조물은 벌집형 물질을 포함하고, 이것은, 이 구조물이 변형되지 않도록 충분한 경질성을 제공하면서, 벌집형 물질을 통해 수집 물질 위에 진공이 가해지도록 한다. 또한, 벌집형은 배출된 물질을 수집하기 위해 그것을 덮는 그물 층을 더욱 가질 수 있다.

[0072] 수집장치는 대안적으로 고정 원기둥 다공성 구조물 위를 이동하는 가요성 수집 벨트를 포함할 수 있다. 수집 벨트는 바람직하게는 매끄럽고 다공성의 물질이며, 그 결과 수집된 물질에 구멍이 형성되지 않도록 하면서 원기둥 다공성 구조물을 통해 수집된 물질에 진공이 가해질 수 있다. 벨트는 로터에 축 방향으로 (로터의 축의 방향으로) 이동하는 평면 컨베이어 벨트일 수 있고, 이것은 도 3에 나타낸 것과 같이, 변형되어 로터 주위에서 동심 원기둥을 형성한 다음, 로터를 세정할 때 다시 평평한 상태로 되돌아간다. 본 발명의 이러한 구현양태에서, 원기둥 벨트는 로터로부터 배출되는 고형화 물질을 연속적으로 수집한다. 이러한 수집 벨트는 미국 특허 3,978,976호 (캄프(Kamp)), 3,914,080호 (캄프), 3,882,211호 (캄프) 및 3,654,074호(제클린(Jacquelin))에 개시되어 있다.

[0073] 수집 표면은 대안적으로 이동 수집 벨트 위를 이동하는 직물 또는 부직포 또는 필름과 같은 기재를 더욱 포함할 수 있고, 따라서 배출된 물질이 벨트 위에 직접적으로 보다는 기재 위에 수집된다. 이것은, 수집되어질 물질이 매우 얇은 막의 형태일 때 특히 유용하다.

[0074] 수집 표면은 또한 목적 생성물 자체의 성분일 수 있다. 예를 들어, 예비성형된 시트는 수집 표면일 수 있고, 저농도 용액이 수집 표면 위에 배출되어 예비성형된 시트의 표면 위에서 얇은 막을 형성할 수 있다. 이것은 시트의 표면 성질, 예컨대 인쇄성, 접착성, 다공성 수준 등을 향상시키기 위해 유용할 수 있다. 예비성형된 시트는 부직 또는 직물 시트 또는 필름일 수 있다. 이러한 구현양태에서, 예비성형된 시트는, 본 발명의 방법에서 자체로 형성된 다음 본 발명의 공정을 통해 두번째로 공급되고 수집 표면으로서의 수집 벨트에 의해 지지된 부직 시트일 수 있다. 본 발명의 다른 구현양태에서, 예비성형된 시트가 수집 벨트 자체로서 본 발명의 방법에서 사용될 수 있다.

[0075] 배출된 물질이 중합체 물질을 포함할 때, 중합체 물질의 일부를 연화시키고 여러 지점에서 그 자체에 결합되도록 하기 위하여, 본 발명의 방법 동안에 수집 표면을 통해 나가는 기체를 가열할 수 있다. 기체는 로터의 말단 너머로부터 및(또는) 로터 자체를 통해 나갈 수 있다. 보조 기체를 로터와 수집 표면 사이의 공동에 공급할 수 있다. 로터의 외면에서 접선을 따른 속도가 배출 속도의 약 25%보다 클 때, 보조 기체를 로터 자체로부터 공급하는 것이 유리하다. 송풍기 및 도관공사에 의하여 로터를 통해 기체를 강제송풍시키거나, 또는 로터 내에 블레이드를 포함시키거나, 이를 양쪽을 조합함으로써 로터로부터 기체를 공급한다. 블레이드를 크기별로 분류하고 기울이고 성형하여 기체가 유통하도록 한다. 유리하게는, 로터에 의해 발생되는 기체의 양이 진공에 의해 수집 표면을 통해 지나가는 기체의 양과 대략 같아지도록 블레이드를 설계하고, 이것은 공정 조건에 따라 다소

더 많거나 적을 수 있다. 로터에 들어가는 기체의 양은, 로터 및 수집장치를 둘러싼 공간 (여기에서 또한 "방사 셀"이라 일컫는다)을 밀폐시키고, 크기가 다양할 수 있는 밀폐부에서 로터에 구멍을 제공함으로써 조절될 수 있다.

[0076] 수집 표면을 통해 진공에 의해 지나가는 기체는, 열 교환기를 통해 기체를 통과시킨 다음 이것을 로터로 되돌려 보냄으로써 가열될 수 있다.

[0077] 배출되는 물질이 중합체 섬유 물질을 포함하는 본 발명의 하나의 구현양태에서, 물질을 결합시키기 위하여 수집 표면 위에 수집된 물질을 충분히 가열한다. 이것은, 수집된 물질 주위의 대기의 온도를 수집된 물질을 결합시키기에 충분한 온도로 유지함으로써 달성될 수 있다. 물질의 온도는 중합체 섬유 물질의 일부가 연화되거나 점성이 되도록 하기에 충분할 수 있고, 따라서 이것이 수집될 때 그 자체 및 주변 물질에 결합된다. 그의 일부를 용융하기 위해 충분히 수집되기 전에 배출된 물질을 가열하거나, 또는 물질을 수집하고 그후 즉시 수집된 물질의 일부를 그를 통해 통과하는 가열된 기체에 의해 용융시킴으로써, 중합체의 소량을 연화시키거나 점성화할 수 있다. 이러한 방식으로, 자체-결합된 부직 제품을 제조하기 위하여 본 발명의 방법을 사용할 수 있으며, 여기에서 수집된 물질을 통해 통과하는 기체의 온도는 수집된 물질(불연속 피브릴 또는 불연속 입자와 조합된 불연속 피브릴)의 소량을 용융 또는 연화시키기에 충분하지만 물질의 대부분을 용융시킬 정도로 높지는 않다.

[0078] 유리하게는, 로터와 수집장치를 둘러싼 공간, 또는 방사 셀을 밀폐하여, 온도 및 압력을 조절할 수 있다. 다양한 공지된 수단에 따라서 방사 셀을 가열할 수 있다. 예를 들어, 하나의 수단에 의해 또는 방사 셀 내로의 열풍 송풍, 방사 셀 벽 안의 증기 파이프, 전기 저항 가열 등을 포함한 여러 수단의 조합에 의하여 방사 셀을 가열할 수 있다. 중합체 섬유가 특정한 온도 이상에서 점착성이 되기 때문에, 방사 셀의 가열은 중합체 섬유 물질을 수집 표면에 양호하게 고정시키기 위한 한가지 방법이다.

[0079] 또한, 방사 셀의 가열은, 그의 두께에 걸쳐서 차별적으로 결합되는 부직 제품을 제조할 수 있다. 이것은 서로 간에 열에 대해 상이한 민감성을 가진 중합체 층으로부터 생성물을 형성함으로써 달성될 수 있다. 예를 들어, 상이한 융점 또는 연화점을 가진 적어도 2개의 중합체가 별개의 노즐로부터 동시에 배출될 수 있다. 공정의 온도는, 저 융점 중합체 물질이 점착성이 되는 온도보다 높지만 고 융점 중합체가 점착성이 되는 온도보다는 낮은 온도로 조절되며, 따라서 저 융점 중합체 물질이 결합되고 고 융점 중합체 물질은 결합되지 않거나 완전히 결합된 채로 남는다. 이러한 방식으로, 고 융점 중합체 섬유가 이들이 형성될 때 저 융점 중합체 섬유와 함께 결합된다. 그의 두께 전체에 걸쳐 균일하게 부직포가 부위에서 결합된다. 얻어지는 부직포는 높은 박리 저항성을 갖는다.

[0080] 또한, 상이한 융점 또는 연화점을 가진 적어도 2개의 중합체를 포함하는 혼합물을 배출함으로써 자기-결합된 중합체 부직 제품이 형성될 수 있다. 하나의 구현양태에서, 혼합물 중에 바람직하게는 중합체의 적은 중량 비율, 예를 들면 중합체의 약 5중량% 내지 약 10중량%를 구성하는 중합체의 하나는 나머지 중합체(들)에 비하여 더 낮은 융점 또는 연화점을 가지며, 수집 표면 위에 물질이 수집되기 직전에 또는 물질이 수집된 직후에 배출된 물질의 온도는 저 융점 또는 연화점을 초과하고, 따라서 저 융점 중합체가 연화되거나 충분히 점착성으로 되어 수집된 물질을 함께 결합시킨다.

[0081] 본 발명의 하나의 구현양태에서, 노즐에 공급된 물질은 상이한 연화점을 가진 적어도 2개의 중합체를 포함한 혼합물이고, 수집 표면 위에 수집되어진 물질을 둘러싼 대기의 온도는 2개의 중합체의 연화점 중간의 온도로 유지되며, 그 결과 저 연화점 중합체(들)가 연화되거나 점착성으로 되고, 배출된 물질이 연접한 시트에 결합된다. 예를 들면, 본 구현양태에 사용되는 중합체는 폴리에틸렌(138°C의 융점을 가짐) 및 폴리프로필렌(165°C의 융점을 가짐)일 수 있다. 이 예에서, 공정이 136°C에서 진행된다면, 폴리에틸렌은 연화되어 수집된 물질을 그 두께에 걸쳐 균일하게 결합할 것이다. 상이한 중합체의 선택에 따라, 약 60°C 내지 약 280°C의 온도가 사용될 수 있다.

[0082] 수집장치에 물질을 고착 또는 고정시키기 위하여 다양한 방법이 사용될 수 있다. 한가지 방법에 따르면, 수집 표면에 물질이 고정되기에 충분한 수준으로 수집 표면 반대쪽 면으로부터 수집장치에 진공을 가한다.

[0083] 진공에 의해 물질을 고정시키는 것의 대안으로서, 본 발명의 특별한 구현양태를 위한 경우에서와 같이, 물질과 수집장치 사이, 즉, 물질과 수집표면, 수집 원기둥 구조물 또는 수집 벨트 사이의 정전 인력에 의해 물질이 수집 표면에 고정될 수 있다. 이것은, 수집장치를 접지하면서, 로터와 수집장치 사이의 틈새에서 양이온 또는 음이온을 발생시킴으로써 달성될 수 있으며, 그 결과 새로 배출된 물질이 하전된 이온을 붙잡아서 물질이 수집장치에 끌어당겨진다. 로터와 수집장치 사이의 틈새에서 양이온 또는 음이온을 발생시키는지의 여부는, 배출되는

물질을 더욱 효율적으로 고정시키는 것에 의해 결정된다.

[0084] 로터와 수집 표면 사이의 틈새에서 양이온 또는 음이온을 발생시키고 따라서 틈새를 통해 통과하는 고형화된 배출 물질을 양으로 또는 음으로 하전시키기 위하여, 본 발명의 방법의 하나의 구현양태는 로터 위에 설치된 하전-유도 요소를 사용한다. 하전-유도 요소는 핀(들), 블러시, 와이어(들) 또는 기타 요소를 포함할 수 있고, 여기에서 요소들은 탄소로 함침된 금속 또는 합성 중합체와 같은 전도성 물질로부터 만들어진다. 전류가 하전-유도 요소에서 발생되도록 전압을 하전-유도 요소에 가하고, 요소의 부근에서 기체를 이온화하는 하전-유도 요소의 근처에서 강력한 자기장을 발생시켜, 이에 의해 코로나를 발생시킨다. 하전-유도 요소에서 발생되는데 필요한 것으로 밝혀진 수준이고 최대량은 하전-유도 요소와 접지된 수집 벨트 사이에서 호광(arching)이 관찰되는 수준 바로 아래의 수준이다. 폴리에틸렌 플렉시필라멘트 웹을 플래시 방사하는 경우에, 일반적인 지침은 웹 물질의 그램당 대략 $8 \mu\text{-콜통}$ 으로 하전될 때 물질이 잘 고정된다는 것이다. 하전-유도 요소를 전력 공급에 연결함으로써 하전-유도 요소에 전압이 가해진다. 물질이 배출되어지는 수집장치로부터 멀수록, 등량의 정전 고정력을 달성하기 위해 필요한 전압이 높아져야 한다. 방사 로터 위에 설치된 하전-유도 요소로의 정전력 공급에서 발생된 전압을 가하기 위하여, 로터 내에 슬립 링이 포함될 수 있다.

[0085] 하나의 바람직한 구현양태에서, 사용되는 하전-유도 요소는, 수집장치를 향해있고 로터 외면에서 오목하게 들어갈 수 있어서 로터와 수집 표면 사이의 틈새 안으로 돌출되지 않는 전도성 핀 또는 블러시이다. 하전-유도 요소는 노즐로부터 "하류" 또는 로터의 회전에 비해 로터 바깥쪽의 고정 우세지점으로부터 노즐 다음에 위치하며, 따라서 노즐로부터 물질이 배출된 다음 하전-유도 요소에 의해 하전된다.

[0086] 대안적인 구현양태에서, 하전-유도 요소는 로터 내에 설치된 핀 또는 블러시이고, 이들은 로터의 표면에 대해 접선 방향으로 위치하며 물질이 노즐로부터 배출될 때 물질 쪽으로 향한다.

[0087] 하전-유도 요소가 핀일 때, 이들은 바람직하게는 전도성 금속을 포함한다. 하나 이상의 핀이 사용될 수 있다. 하전-유도 요소가 블러시일 때, 이들은 전도성 물질을 포함할 수 있다. 대안적으로, 피아노 와이어와 같은 와이어가 하전-유도 요소로서 사용될 수 있다.

[0088] 물질을 고정시키기 위하여 정전력이 사용되는 본 발명의 대안적인 구현양태에서, 로터 상에 설치된 핀, 블러시 또는 와이어와 같은 전도성 요소들이 슬립 링을 통한 연결에 의해 접지되고 수집장치 벨트가 전력 공급에 연결된다. 수집 벨트는 후방 코로나를 발생시키지 않는 전도성 물질을 포함하고, 이 조건에서 기체 입자가 잘못된 극성으로 하전되어 고정을 방해한다.

[0089] 본 발명의 대안적인 구현양태에서, 수집 벨트는 비-전도성이고 전도성 물질을 포함하는 지지체 구조물에 의해 지지된다. 이러한 구현양태에서, 지지체 구조물이 전력 공급원에 연결되고 로터가 접지된다.

[0090] 물질을 양 하전시키기 위하여 양이온이 바람직하다면, 음전압을 수집장치에 가한다. 음이온이 바람직하다면, 양 전압을 수집장치에 가한다.

[0091] 본 발명의 하나의 구현양태에서, 수집 표면에 물질을 효율적으로 고정시키기 위하여, 진공 고정과 정전 고정의 조합이 사용된다.

[0092] 물질이 중합체이고 충분히 가열되어 자기 결합된다면, 앞서 이미 기재된 바와 같이, 진공 또는 정전력을 가하지 않고도 물질이 수집 표면 상에 합착된 시트 또는 막을 형성할 수도 있다.

[0093] 물질이 수집 표면에 확실히 고정되도록 하는 다른 수단은, 로터와 수집 표면 사이의 간격 안에 연무(fogging) 유체를 도입하는 것이다. 이러한 구현양태에서, 액체를 포함하는 연무 유체는, 물질-배출 노즐과 동일한 유형일 수 있는 노즐(들)로부터 배출된다. 이러한 노즐은 여기에서 "연무 분출(fogging jet)"이라 일컬어진다. 연무 분출은 액체 방울의 미스트를 배출하여 수집 표면 상에 섬유가 배포(lay down)되는 것을 돋는다. 유리하게는, 각각의 물질-배출 노즐에 대해 하나의 연무 분출이 존재한다. 연무 분출은 노즐에 인접하게 위치하고, 그 결과 이로부터 배출된 미스트가 노즐로부터 배출되는 운반 분출 내로 직접적으로 도입되고 일부 액체 방울이 운반 분출과 동반되어 배출된 물질에 접촉된다. 연무 분출로부터 배출된 액체의 미스트는, 배출된 물질에 추가의 운동량을 제공하는 역할을 하고, 수집 표면 상에 배포되기 전에 배출된 물질이 겹게되는 저항 수준을 감소시킨다.

[0094] 로터의 외면에서 접선 속도 대 노즐로부터 배출되는 분출 속도의 비율 (이것은 또한 "배포/배출 비율"로서 일컬어짐)은 1 이하의 임의의 값, 유리하게는 약 0.01 내지 1, 및 심지어 약 0.5 내지 1의 값일 수 있다. 이러한 2

개 속도가 서로 가까울수록, 즉 배포/배출 비율이 1에 가까울수록, 수집된 물질의 층이 더욱 고르게 분포되고 더욱 균일해진다. 수집된 물질의 균일성은 노즐당 덩어리 처리량을 감소시킴으로써 개선될 수 있는 것으로 밝혀졌다.

[0095] 수집 벨트 속도 및 로터의 처리량은 생성물의 원하는 기본 중량을 달성하기 위해 선택될 수 있다. 수집된 물질의 층의 바람직한 수 및 각각의 층의 두께를 달성하기 위하여 로터 내의 노즐 수 및 로터의 회전 속도가 선택된다. 주어진 목적하는 기본 중량을 위하여, 웹 층의 수를 증가시키는 2가지 방법이 존재한다: 로터 내의 노즐의 수가 증가될 수 있는 반면 기본 중량을 일정하게 유지하기 위하여 노즐당 처리량은 그에 비례하여 감소되거나; 또는 로터의 회전 속도가 증가될 수 있다.

[0096] 종합체 용액이 본 발명에 따라 플래시 방사될 때, 용액의 농도는 노즐당 종합체 처리량에 영향을 미친다. 종합체 농도가 낮을수록, 종합체 덩어리 처리량은 낮아진다. 당업자에게 명백하듯이, 노즐당 처리량은 노즐 구멍의 크기를 변화시킴으로써 변할 수 있다.

[0097] 본 발명의 방법에 의해 제조된 생성물은 불연속 피브릴 또는 불연속 종합체 입자와 조합된 불연속 피브릴로부터 형성된 다공성 또는 연속 막을 포함한다. 본 발명의 방법에 의하여 놀랍게도 균일한 기본 중량을 가진 생성물이 얻어진다. 약 $14(\text{oz}/\text{yd}^2)^{1/2}$ ($82(\text{g}/\text{m}^2)^{1/2}$) 미만, 또는 약 $8(\text{oz}/\text{yd}^2)^{1/2}$ ($47(\text{g}/\text{m}^2)^{1/2}$) 미만, 또는 심지어는 약 $4(\text{oz}/\text{yd}^2)^{1/2}$ ($23(\text{g}/\text{m}^2)^{1/2}$) 미만, 또는 심지어는 약 $3(\text{oz}/\text{yd}^2)^{1/2}$ ($17(\text{g}/\text{m}^2)^{1/2}$) 미만의 기계 방향 균일성 지수(MD UI)를 가진 생성물이 제조될 수 있다. 생성물은 수집된 물질의 각각의 층이 매우 얇기 때문에 더욱 균일하다. 각각의 층은 약 $50\mu\text{m}$ 이하, 또는 심지어는 약 $25\mu\text{m}$ 이하, 및 심지어는 약 $1\mu\text{m}$ 이하의 정도로 얇을 수 있다. 각 층의 불균일성에도 불구하고, 얇은 층의 수가 더욱 많으면 이러한 불균일성에 민감하지 않게 되고, 동등한 균일성의 층을 더 적게 가진 생성물보다 더욱 균일한 생성물을 생산한다.

실 시 예

시험 방법

[0099] 다양한 기록 특징 및 성질을 결정하기 위하여 하기 시험 방법이 사용되었다. ASTM이란 미국 시험 물질 협회(American Society of Testing Materials)를 가리킨다. ISO는 국제 표준 조직(International Standards Organization)을 가리킨다. TAPPI는 펠프 및 종이 산업 공업 협회(Technical Association of Pulp and Paper Industry)를 가리킨다.

[0100] 기본 중량(BW)은 ASTM D-3776 (여기에서 참고로 인용됨)에 의해 결정되었으며, g/m^2 로 기록하였다.

[0101] 인장 강도는 ASTM D 1682 (여기에서 참고로 인용됨)에 의해 다음의 변형을 하여 결정되었다. 시험에서, $2.54\text{cm} \times 20.32\text{cm}$ (1인치×8인치) 샘플을 샘플의 대향하는 면에서 고정시켰다. 클램프들을 샘플 상에 서로 12.7cm (5인치) 떨어뜨려 부착하였다. 샘플을 파단될 때까지 $5.08\text{cm}/\text{분}$ (2인치/분)의 속도로 서서히 당겼다. 파단점에서의 힘을 파운드/힘의 단위로 기록하였다.

[0102] 두께(TH)는 ASTM D 177-84 (여기에서 참고로 인용됨)에 의해 결정되었고, μm 로 기록하였다.

[0103] 시트의 파단 신도 (또한, "신도"라 일컬어진다)는 조각 인장 시험에서 파단에 앞서서 시트가 신장되는 양의 측정이다. 2.54cm (1인치) 폭 샘플을, 12.7cm (5인치) 간격으로 고정되고 인스트론 테이블 모델 시험기와 같은 연신 인장 시험 기계의 일정한 속도의 클램프에 장착한다. 연속적으로 증가하는 하중을, $5.08\text{cm}/\text{분}$ (2인치/분)의 크로스헤드 속도에서 파괴될 때까지 샘플에 가한다. 파괴 전에 측정을 연신 퍼센트로 제공한다. 시험은 일반적으로 ASTM D 5035-95 (여기에서 참고로 인용됨)에 따른다.

[0104] 시트 물질의 밀도는 g/m^2 단위의 시트의 기본 중량에 10,000을 곱하여 g/cm^2 단위로 하고 이것을 cm 단위의 두께로 나누어 계산된 g/cm^3 단위의 밀도로 한다.

[0105] 종합체 시트 물질의 공극률은 시트 물질의 다공성의 측정이다. 공극률은 1-본원에서 계산된 시트의 밀도를 종합체의 이론적인 밀도로 나눈 후, 100을 곱하여 계산되며, %로 보고하였다.

[0106] 프래지어 투과율은 다공성 물질의 공기 투과율의 측정이고, 피트³/분/피트²으로 측정한 후, 리터/초/ m^2 의 단위로 전환되어 보고하였다. 이것은 0.5인치 둘(1.25cm 둘)의 차별 압력에서 물질을 통한 공기 유동 부피를 측정한다. 샘플을 통한 공기의 유동을 측정가능한 양으로 제한하기 위하여, 구멍을 진공 시스템에 장착한다.

구멍의 크기는 물질의 다공성에 의존된다. 프래지어 다공성이라고도 일컬어지는 프래지어 투과율은, 눈금조정된 구멍 단위($\text{ft}^3/\text{ft}^2/\text{min}$)를 가진 서만 더블유 프래지어 캄파니(Sherman W. Frazier Co.) 이중 기압계를 사용하여 측정된다.

[0107] 걸리 힐(Gurley Hill) 다공도(GH)는 기체 물질용 시트 물질의 투과율의 측정이다. 특히, 이것은 다량의 기체가 특정 압력 기울기가 존재하는 물질의 면을 통과하는데 걸리는 시간의 측정이다. 걸리-힐 다공도는 TAPPI T-460 OM-88 (여기에서 참고로 인용됨)에 따라 로렌첸 앤드 베트레 모델(Lorentzen & Wettre Model) 121D 텐소미터를 사용하여 측정되었다. 이 시험은 약 1.21kPa(4.9인치)의 수압하에서 100cm³의 공기가 28.7mm 직경의 샘플(1인치²의 면적을 가짐)을 통과하는데 걸리는 시간을 측정한다. 결과를 종종 걸리 초라 불리는 초 단위로 표현하였다.

[0108] 뮬렌버스트(Mullenburst) 파열 강도는 TAPPI T 403-85 (여기에서 참고로 인용됨)에 의해 결정되었으며 psi 단위로 측정하였다.

[0109] 유체 정역학적 헤드(HH)는 정적 하중하에서 액체 물에 의한 침투에 대한 시트의 저항성을 측정한 것이다. 18cm × 18cm(7인치 × 7인치) 샘플을 SDL 18 셀리 유체 정역학적 헤드 시험기 (Shirley Hydrostatic head tester) (영국 스톡포트의 셀리 디벨로프먼츠 리미티드(Shirley Developments Limited) 제조)에 장착한다. 샘플의 3개 면이 물에 의해 침투될 때까지 $60 \pm 3 \text{ cm}^3/\text{분}$ 의 속도에서 샘플의 102.6cm² 구획의 한쪽 면에 대해 물을 펌프질한다. 유체 정역학적 헤드를 인치로 측정한다. 시험은 일반적으로 1976년 11월에 발표되어진 ASTM D 583을 따른다. 더욱 높은 수는 액체 통과에 대해 더욱 큰 저항성을 가진 생성물을 나타낸다.

[0110] 수증기 통과 비율(MVTR)은 $\text{g}/\text{m}^2/24\text{시간}$ 의 단위로 보고하였으며 시험 방법 TAPPI T-523 (여기에서 참고로 인용됨)을 사용하여 리시 인스트루먼트(Lyssy Instrument)를 사용하여 측정하였다.

[0111] 엘멘도르프(Elmendorf) 인열 강도는 시트 내에 인열 절단을 전파시키는데 필요한 힘의 측정이다. 시트 내에 설상 인열을 계속되게 하는데 필요한 평균 힘은 고정된 거리를 통해 그것을 찢는데 든 일을 측정하는 것에 의해 결정하였다. 시험기는 진자가 상승된 출발 위치에 최대 위치 에너지를 가지면서 있을 경우 고정된 클램프와 일직선을 이루는 클램프를 가지는 부채꼴 형상의 진자로 이루어진다. 시험편을 클램프에 고정시키고 클램프 사이의 시험편을 슬릿 절단하는 것에 의해 인열을 시작하였다. 진자를 놓았고 시험편은 이동 클램프가 고정 클램프로부터 멀어짐에 따라 인열되었다. 엘멘도르프 인열 강도는 하기의 표준 방법에 따라 뉴턴 단위로 측정되었다: TAPPI-T-414 om-88 및 ASTM D 1424 (여기에서 참고로 인용됨). 하기 실시예에서 보고된 인열 강도 값은 시트에 대해 이루어진 적어도 열두 번의 측정 값의 평균이다.

[0112] 시트 샘플의 박리 강도는 일정한 속도의 연신 인장 시험 기계, 예컨대 인스트론 테이블 모델 시험기를 사용하여 측정하였다. 1.0인치(2.54cm) × 8.0인치(20.32cm) 샘플을 샘플의 단면 내에 핵(pick)을 삽입하는 것에 의해 약 1.25인치(3.18cm) 박리시켜 손에 의한 분리 및 박리를 개시하였다. 박리된 샘플 면을 1.0인치(2.54cm) 떨어져서 설치된 시험기의 클램프들에 장착하였다. 시험기를 5.0인치/분(12.7cm/분)의 크로스헤드 속도로 작동시켰다. 컴퓨터가 슬랙(slack)이 약 0.5인치의 크로스헤드 경로 내에서 제거된 후의 힘 판독 값을 학습하는 것을 시작하였다. 3000번의 힘 판독 값이 취해지고 평균 내어지는 동안 샘플을 약 6인치(15.24cm)로 박리시켰다. 평균 박리 강도는 평균 힘을 샘플 폭으로 나눈 값이고 N/cm의 단위로 표현되었다. 시험을 일반적으로 ASTM D 2724-87 (여기에서 참고로 인용됨)의 방법에 따랐다. 하기 실시예들에 대해 보고된 박리 강도 값은 각각 시트에 대해 이루어진 적어도 열두 번의 측정 값의 평균에 기초한다.

[0113] 불투명도는 TAPPI T-425 om-91 (여기에서 참고로 인용됨)에 따라 측정하였다. 불투명도는 백색 배경 표준으로 부터의 반사율에 대한 흑색 배경에 대한 단일 시트로부터의 반사율이며 퍼센트로 표현된다. 하기 실시예들에 대해 보고된 불투명도 값은 각각 시트에 대해 이루어진 적어도 여섯 번의 측정 값의 평균에 기초한다.

[0114] 스펜서(Spencer) 천공 저항은 ASTM D 3420 (여기에서 참고로 인용됨)에 따라 측정하였고 샘플을 천공하는데 필요한 에너지를 측정한 값이다. 스펜서 천공은 in-lb/인치²의 단위로 측정된다. 스펜서 충격 부착 모델 60-64로 변형된 낙하 진자 유형의 시험기 장치는 트윙-알버트 인스트루먼트 사(Thwing-Albert Instrument Co.)에 의해 제조되었다.

[0115] 시트의 기계 방향 균일성 지수(MD UI)는 하기 절차에 따라 계산된다. 베타 두께 및 기본 중량 게이지 (미국 캘리포니아주 쿠퍼러티노의 허니웰-메ASUREx(Honeywell-Measurex)로부터 입수 가능)는 시트를 스캔하고 횡 방향

(CD)에서 시트를 가로질러 매 0.2인치마다 기본 중량 측정치를 취한다. 이어서, 시트가 기계 방향(MD)에서 0.425인치 앞으로 나가고, 계이지가 CD에서 다른 가로열의 기본 중량 측정치를 취한다. 이러한 방식으로, 전체 시트를 스캔하고, 기본 중량 데이터를 표 형식으로 전자적으로 저장하였다. 표에서 기본 중량 측정치의 가로열 및 세로열은 각각 기본 중량 측정의 CD 및 MD "레인"에 상응한다. 이어서, 세로열 1에서 각각의 데이터 포인트를 세로열 2에서의 인접한 데이터 포인트와 평균화하고; 세로열 3에서 각각의 데이터 포인트를 세로열 4에서의 인접한 데이터 포인트와 평균화하고; 이와 같이 계속하였다. 효율적으로, 이것은 MD 레인(세로열)의 수를 반으로 자르고, 0.2인치 대신에 MD 레인 사이에서 0.4인치의 간격을 모방한다. 기계 방향에서 균일성 지수(UI) ("MD UI")를 계산하기 위하여, MD에서 평균화된 데이터의 각각의 세로열에 대하여 UI를 계산하였다. 먼저 기본 중량의 표준 편차를 계산하고, 이 세로열에 대한 평균 기본 중량을 계산함으로써, 각각의 데이터의 세로열에 대한 UI를 계산하였다. 세로열에 대한 UI는 기본 중량의 표준 편차를 평균 기본 중량의 제곱 루트로 나누고 100을 곱한 것과 동일하다. 마지막으로, 시트의 전체 기계 방향 균일성 지수(MD UI)를 계산하기 위하여, 각각의 세로열의 모든 UI를 평균화하여 하나의 균일성 지수를 얻는다. 균일성 지수의 단위는 $(g/m^2)^{1/2}$ 이다.

[0116]

실시예 1

프레온^(R) 11 트리클로로플루오로메탄 (팔мер 서플라이 캄파니(Palmer Supply Company)로부터 수득됨)의 방사제 중의 1% Mat 8 고밀도 폴리에틸렌(HDPE) (이퀴스타 케미칼스(Equistar Chemicals) LP로부터 수득됨)의 중합체 용액을, 190°C의 온도 및 2080 내지 2200psi(14 내지 15MPa)의 감퇴 구멍의 필터 압력 상류에서, 1000rpm으로 회전하는 로터 내에서 노즐을 통해 플래시 방사시켜 불연속 피브릴을 포함하는 막을 형성하였다. 실시예 1 내지 4 및 실시예 6 내지 7에서 사용한 로터는 16인치(41cm)의 직경 및 3.6인치(9.2cm)의 높이를 가졌다. 실시예 1에서 사용한 노즐은 0.025인치(0.064cm)의 직경 및 0.038인치(0.096cm)의 길이를 가지며 감퇴 챔버에 대해 열려 있는 감퇴 구멍을 포함하였다. 감퇴 챔버는 방사 구멍이 0.025인치(0.064cm)의 직경 및 0.080인치(0.20cm)의 길이를 갖도록 하였다. 노즐의 출구 슬롯은 로터의 축과 평행하였다. 플래쉬 방사된 물질을 로터로부터 먼 방사상 방향에서 노즐로부터 방출하였다. 피브릴 형태의 플래쉬 방사된 물질을 다공성 수집 벨트 상의 백색 손타라(Sontara)^(R) 직물 (미국 이.아이.듀퐁 드 네모아 앤드 캄파니 인코포레이티드로부터 입수가능함)의 리더 시트 위로 플래시 방사시켰다. 노즐의 출구와 수집 벨트 사이의 거리는 3인치(7.5cm)였다. 로터를 방사 셀에 밀폐시키고, 방사 셀의 내부를 60°C의 온도로 유지하였다.

[0118]

노즐의 바로 하류에 있는 가로열에서, 고른 간격의 바늘로부터 정전력이 발생되었다. 각각의 노즐을 로터를 통해 접지하였다. 따라서 바늘도 로터를 통해 접지되었다. 수집 벨트를 전기적으로 단리시키고, 음전압으로 처리하였다. 전력 공급을 전류 제어 방식으로 시행하고, 0.30mA로 전류가 일정하게 유지되었다.

[0119]

도관공사를 통해 수집 벨트와 유체 소통상태에 있는 0 내지 1000rpm의 속도의 진공 송풍기에 의하여 수집 벨트에 진공을 가하였다. 수집장치에 플래시 방사 웨브를 고정시키는 것을 돋기 위하여 정전력 및 진공을 동시에 사용하였다.

[0120]

막의 샘플 내에서 바늘 구멍은 관찰되지 않았다. 샘플의 두께는 0.001인치(25μm)로 측정되었다. 수집된 물질의 단일 층 샘플을 142°C에서 2초 동안 18,000psi(120MPa)에서 열-압착 결합에 의해 결합하였다. 기본 중량은 0.44(oz/yd²) ($15(g/m^2)$)으로 측정되었다. 프래지어 공기 투과율은 $2.7 \text{ cfm}/\text{ft}^2$ ($0.82 \text{ m}^3/\text{분}/\text{m}^2$)으로 측정되었다. 샘플의 기계 방향 균일성 지수(MD UI)는 $1.08(\text{oz}/\text{yd}^2)^{1/2}$ ($6.3(g/m^2)^{1/2}$)으로 측정되었고, 샘플의 횡 방향 균일성 지수(CD UI)는 $1.98(\text{oz}/\text{yd}^2)^{1/2}$ ($11(g/m^2)^{1/2}$)로 측정되었다.

[0121]

실시예 2

프레온^(R) 11 트리클로로플루오로메탄 (팔머 서플라이 캄파니로부터 수득됨)의 방사제 중의 96% Mat 8 HDPE (이퀴스타 케미칼스 LP로부터 수득됨) 및 4% 청색 HDPE의 0.5% 중합체 용액을, 170 내지 180°C의 온도 및 2150 내지 2200psi(15MPa)의 감퇴 구멍의 필터 압력 상류에서, 1000rpm으로 회전하는 로터 내에서 노즐을 통해 다공성 수집 벨트 상의 백색 손타라^(R) 직물 (미국 이.아이.듀퐁 드 네모아 앤드 캄파니 인코포레이티드로부터 입수가능함)의 리더 시트 위로 플래시 방사시켜 불연속 피브릴 및 중합체 입자를 포함하는 막을 형성하였다. 노즐은 0.025인치(0.064cm)의 직경 및 0.080인치(0.20cm)의 길이를 가지며 감퇴 챔버에 대해 열려 있는 감퇴 구멍을 포함하였다. 감퇴 챔버는 방사 구멍이 0.025인치(0.064cm)의 직경을 갖도록 하였다. 노즐의 출구와 수집 벨트 사이의 거리는 1.5인치(3.7cm)였다. 로터를 방사 셀에 밀폐시키고, 방사 셀의 내부를 60°C의 온도로 유지하였

다.

[0123] 노즐의 바로 하류에 있는 가로열에서, 고른 간격의 바늘로부터 정전력이 발생되었다. 각각의 노즐을 로터를 통해 접지하였다. 따라서 바늘도 로터를 통해 접지되었다. 수집 벨트를 전기적으로 단리시키고, 음전압으로 처리하였다. 전력 공급을 전류 제어 방식으로 시행하고, 0.20mA로 전류가 일정하게 유지되었다.

[0124] 도관공사를 통해 수집 벨트와 유체 소통상태에 있는 2000rpm의 속도의 진공 송풍기에 의하여 수집 벨트에 진공을 가하였다. 수집장치에 플래시 방사 웨브을 고정시키는 것을 돋기 위하여 정전력 및 진공을 동시에 사용하였다.

[0125] 피브릴 및 입자의 매우 균일한 막 층이 손타라^(R) 리더 시트 상에 침착되었다. 샘플의 단면의 현미경 사진을 도4에 도시하였는데, 이는 손타라^(R) 리더 시트 상에 침착된 중합체 피브릴의 랜덤 회선 형태의 단면을 도시한다(원형 단면을 가지는 섬유에 의해 나타내짐). 손타라^(R) 리더 시트 단독의 기본 중량은 2.08(oz/yd²) (70(g/m²))이며, 프래지어 공기 투과율은 92cfm/ft²(0.63m³/분/m²)이었다. 막 층을 가지는 리더 시트의 기본 중량은 2.50(oz/yd²) (85(g/m²))이며, 걸리 힐 다공도는 11.5초이며 유체 정역학 헤드는 22인치(56cm)의 물이었다. 막 층의 두께는 약 35μm였다.

실시예 3

[0127] 프레온^(R) 11 트리클로로플루오로메탄 (팔미 서플라이 캄파니로부터 수득됨)의 방사제 중의 4% 테프렐(Tefzel)^(R) ETFE(에틸렌-테트라플루오로에틸렌 공중합체) (이.아이.듀퐁 드 네모아 앤드 캄파니로부터 입수가능함)의 중합체 용액을, 210°C의 온도 및 2160 내지 2340psi(15 내지 16MPa)의 감퇴 구멍의 필터 압력 상류에서, 1000rpm으로 회전하는 로터 내에서 실시예 1에 기재한 치수를 가지는 두 개의 노즐을 통해 다공성 수집 벨트 상의 타이파(Typar)^(R) 직물 (이.아이.듀퐁 드 네모아 앤드 캄파니로부터 입수가능함)의 리더 시트 위로 플래시 방사시켜 불연속 피브릴 및 중합체 입자를 포함하는 막을 형성하였다. 노즐의 출구 슬롯은 로터 축에 대해 +20° 및 -20°로 배향되었다. 플래쉬 방사된 물질을 로터로부터 면 방사상 방향에서 노즐로부터 방출하였다. 노즐의 출구와 수집 벨트 사이의 거리는 1인치(2.5cm)였다. 로터를 방사 셀에 밀폐시키고, 방사 셀의 내부를 60°C의 온도로 유지하였다.

[0128] 노즐의 바로 하류에 있는 가로열에서, 고른 간격의 바늘로부터 정전력이 발생되었다. 각각의 노즐을 로터를 통해 접지하였다. 따라서 바늘도 로터를 통해 접지되었다. 수집 벨트를 전기적으로 단리시키고, 음전압으로 처리하였다. 전력 공급을 수동 방식으로 시행하고, 전류는 수집된 물질의 양호한 배포를 보장하도록 계속 조절되었다. 수집된 물질은 정전력을 끼서 샘플이 타이파^(R) 리더 시트에서 떨어질 때까지 매우 균일하게 배포되었다.

[0129] 도관공사를 통해 수집 벨트와 유체 소통상태에 있는 2000rpm의 속도의 진공 송풍기에 의하여 수집 벨트에 진공을 가하였다. 수집장치에 플래시 방사 웨브을 고정시키는 것을 돋기 위하여 정전력 및 진공을 동시에 사용하였다.

[0130] 수집된 물질은 3.6m²/g의 표면적, 0.17(oz/yd²) (5.8(g/m²))의 기본 중량 및 20μm 미만의 두께를 가졌다. 수집된 물질의 샘플은 53cfm/ft²(16m³/분/m²)의 프래지어 공기 투과율 및 5.3인치(13cm)의 물의 유체 정역학 헤드를 가지는 것으로 밝혀졌다.

실시예 4

[0132] 프레온^(R) 11 트리클로로플루오로메탄 (팔미 서플라이 캄파니로부터 수득됨)의 방사제 중의 2% Mat 6 HDPE (이퀴스타 케미칼스 LP로부터 수득됨)의 중합체 용액을, 180°C의 온도 및 1790 내지 1960psi(12 내지 13MPa)의 감퇴 구멍의 필터 압력 상류에서, 500rpm으로 회전하는 로터 내에서 실시예 1에 기재한 치수를 가지는 노즐을 통해 다공성 수집 벨트 상의 백색 리메이(Reemay)^(R) 스펜본드 폴리에스테르 직물 (BBA 넌우븐스(Nonwovens)로부터 입수가능함)의 리더 시트 위로 플래시 방사시켜 불연속 피브릴을 포함하는 막을 형성하였다. 플래쉬 방사된 물질을 로터로부터 면 방사상 방향에서 노즐로부터 방출하였다. 노즐의 출구와 수집 벨트 사이의 거리는 1인치(2.5cm)였다. 로터를 방사 셀에 밀폐시키고, 방사 셀의 내부를 80°C의 온도로 유지하였다.

[0133] 플래쉬 방사된 물질을 수집장치에 고정시키는 것을 돋기 위해, 도관공사를 통해 수집 벨트와 유체 소통상태에

있는 2000rpm의 속도의 진공 송풍기에 의하여 수집 벨트에 진공을 가하였다.

[0134] 수집된 물질은 $2.0\text{m}^2/\text{g}$ 의 표면적, $0.32(\text{oz}/\text{yd}^2)$ ($11(\text{g}/\text{m}^2)$)의 기본 중량 및 1.8mil ($46\mu\text{m}$)의 두께를 가졌다. 샘플은 $3.3(\text{oz}/\text{yd}^2)^{1/2}$ ($19(\text{g}/\text{m}^2)^{1/2}$)의 MD UI 및 $4.2(\text{oz}/\text{yd}^2)^{1/2}$ ($24(\text{g}/\text{m}^2)^{1/2}$)의 CD UI를 가졌다.

[0135] 수집된 물질의 샘플을 140°C 에서 2초 동안 열-압착 결합시켰다. MD 내에서 $1.5\text{lb}/\text{인치}$ ($2.6\text{N}/\text{cm}$) 및 CD 내에서 $0.45\text{lb}/\text{인치}$ ($0.78\text{N}/\text{cm}$)의 인장 강도를 가지며, MD 내에서 21% 및 CD 내에서 61%의 신도를 가지는 것으로 밝혀졌다.

실시예 5

[0137] 1 중량%의 BH600/20 아파-셀(Apha-Cel) 음식 등급의 셀룰로오스 (인터내셔널 화이버 코포레이션(International Fiber Corp.)으로부터 수득됨) 및 프레온^(R) 11 트리클로로풀루오로메탄 (팔머 서플라이 캄파니로부터 수득됨)의 방사제 중의 0.5 중량% Mat 8 HDPE (이퀴스타 케미칼스 LP로부터 수득됨)의 조합을, 170 내지 180°C 의 온도 및 1500psi (10MPa)의 감퇴 구멍의 필터 압력 상류에서, 용액을 노즐에 분배하는 통로를 함유하는 방사 비임 내에서 실시예 1에 기재한 치수를 가지는 다섯 개의 노즐을 통해 다공성 수집 벨트 상의 비결합 플렉시필라멘트 피름-피브릴 요소(이.아이.듀퐁 드 네모아 앤드 캄파니로부터 입수가능함)의 시트 위로 방사시켜 플렉시필라멘트 필름-피브릴 HDPE 물질의 비결합 플래쉬-방사된 시트의 표면 상에 셀룰로오스 및 중합체 불연속 피브릴의 침착된 층을 포함하는 샘플을 형성하였다. 노즐의 출구와 수집 벨트 사이의 거리는 3인치(7.5cm)였다.

[0138] 도관공사를 통해 수집 벨트와 유체 소통상태에 있는 2000rpm의 속도의 진공 송풍기에 의하여 수집 벨트에 진공을 가하였다.

[0139] 노즐의 바로 하류에 있는 가로열에서, 고른 간격의 바늘로부터 정전력이 발생되었다. 각각의 노즐을 로터를 통해 접지하였다. 따라서 바늘도 로터를 통해 접지되었다. 수집 벨트를 전기적으로 단리시키고, 음전압으로 처리하였다. 전력 공급을 전류 제어 방식으로 시행하고, 0.30mA 로 전류가 일정하게 유지되었다.

[0140] 생성되는 침착된 층은 $0.24(\text{oz}/\text{yd}^2)$ ($8.1(\text{g}/\text{m}^2)$)의 기본 중량을 가졌다.

[0141] 비결합 플래쉬-방사된 시트 상의 셀룰로스 및 불연속 피브릴의 침착된 층의 생성되는 샘플에 시험 방법 ISO 15416인 "바 코드 인쇄 품질 기준(Bar Code Print Quality Guideline)"을 적용하여 인쇄된 바 코드 기호의 품질 파라미터를 측정하였다. 다섯 개의 별도의 샘플들을 각각 10번 시험하였고, 품질 파라미터의 평균은 약 2.7로서 바코드 인쇄 기재로서의 적합성에 대한 등급 스케일인 "A" 내지 "F" 중에서 높은 "C" 등급에 해당하였다.

실시예 6

[0143] 약 6%의 버트렐(Vertrel)^(R) HFC-43-10mee (이.아이.듀퐁 드 네모아 앤드 캄파니 인코포레이티드로부터 입수가능 함) 및 94%의 디클로로메탄의 조합을 포함하는 방사제 중의 80% Mat 8 HDPE (이퀴스타 케미칼스 LP로부터 수득됨) 및 20% 인게이지(Engage)^(R) 8407 폴리올레핀 엘라스토머 (미국 델라웨어주 월밍턴의 듀퐁 다우 엘라스토머스 엘엘씨(DuPont Dow Elastomers LLC)로부터 수득됨)의 조합의 4% 용액을, 175 내지 185°C 의 온도 및 800 내지 1900psi (5 내지 13MPa)의 감퇴 구멍의 필터 압력 상류에서 플래쉬 방사시켜 피브릴을 포함하는 샘플을 형성하였다. 용액을 500rpm 으로 회전하는 로터 내에서 팬 분출에 대해 열린 방사 구멍을 포함하는 두 개의 노즐에 공급하였다. 각각의 노즐은 0.025인치 (0.064cm)의 직경 및 0.032인치 (0.081cm)의 길이를 가지며 감퇴 챔버에 대해 열려 있는 감퇴 구멍을 포함하였다. 감퇴 챔버는 방사 구멍이 0.025인치 (0.064cm)의 직경 및 0.080인치 (0.20cm)의 길이를 갖도록 하였다. 플래쉬-방사된 물질을 직물 흑색 나일론 벨트(알바니 인터내셔널(Albany International)로부터 수득됨) 상에 방사시켰다. 플래쉬 방사된 물질을 로터로부터 먼 방사상 방향에서 노즐로부터 방출하였다. 노즐의 출구와 수집 벨트 사이의 거리는 0.38인치 (1cm)였다. 로터를 방사 셀에 밀폐시키고, 방사 셀의 내부를 106 내지 107°C 의 온도로 유지하였다. 스템 셀 온도가 폴리올레핀 엘라스토머를 연화시키고 점착성이 되도록 하여, 자기-결합하는 수집된 물질을 초래하였다.

[0144] 방사상 방향에서 노즐의 면으로부터 0.62인치 (1.6cm) 늘어난 공기역학적 스테인레스 강철 호일을 노즐의 상류 쪽 위에서 노즐의 출구 슬롯에 인접하는 로터의 외면 상에 설치하였다. 분출 속도가 노즐을 이탈한 후에도 높게 유지되는 것을 보장하기 위해 호일을 사용하였다. 호일을 방사상 방향에 대해 45° 각도로 설치하였다.

[0145] 플래쉬 방사된 물질을 수집장치에 고정시키는 것을 돋기 위해, 도관공사를 통해 수집 벨트와 유체 소통상태에

있는 2500rpm의 속도의 진공 송풍기에 의하여 수집 벨트에 진공을 가하였다.

[0146] 노즐의 바로 하류에 있는 가로열에서, 고른 간격의 바늘로부터 정전력이 발생되었다. 각각의 노즐을 로터를 통해 접지하였다. 따라서 바늘도 로터를 통해 접지되었다. 수집 벨트를 전기적으로 단리시키고, 음전압으로 처리하였다. 전력 공급을 전류 제어 방식으로 시행하고, 0.42mA로 전류가 일정하게 유지되었다.

[0147] 생성되는 침착된 층은 $0.97(\text{oz}/\text{yd}^2)$ ($33(\text{g}/\text{m}^2)$)의 기본 중량, 3.7mil ($94\mu\text{m}$)의 두께 및 $0.52\text{m}^2/\text{g}$ 의 표면적을 가졌다. 침착된 층은 $18(\text{oz}/\text{yd}^2)^{1/2}$ ($104(\text{g}/\text{m}^2)^{1/2}$)의 MD UI 및 $4.0(\text{oz}/\text{yd}^2)^{1/2}$ ($23(\text{g}/\text{m}^2)^{1/2}$)의 CD UI를 가졌다. 수집 벨트의 속도가 변하는 것으로 관찰되었고, 이는 보다 높은 MD UI를 초래하였다.

[0148]

실시예 7

[0149] 프레온^(R) 11 트리클로로플루오로메탄 (팔머 서플라이 캄파니로부터 수득됨)의 방사제 중의 0.5% Mat 8 HDPE (이 큐스타 케미칼스 LP로부터 수득됨)의 분산액을 실시예 1에 기재한 치수를 가지는 네 개의 노즐들의 세트에 분배하는 통로를 함유하는 방사 비임을 통해 플래쉬 방사시켜 피브릴 및 중합체 입자를 포함하는 막을 형성하였다.

[0150] 분산액을 팬 분출을 통해 금속화된 마이라(Mylar)^(R)의 수집 기재 (미국 버지니아주 호프웰의 듀퐁 테이진 피름스(DuPont Teijin Films)로부터 입수가능함) 상에 플래쉬 방사시켰다. 분산액을 176°C 내지 179°C 의 온도 및 1440 내지 1900psi(10 내지 13MPa)의 감퇴 구멍의 필터 압력 상류에서 플래쉬 방사시켰다. 마이라^(R) 수집 기재 및 수집된 물질을 이동 다공성 수집 벨트에 의해 이동시켰다. 노즐의 출구와 수집 벨트 사이의 거리는 3인치 (7.6cm)였으며, 이 거리에서 유체 분출은 실질적으로 층류 흐름이었다.

[0151] 마이라^(R)를 수집 벨트에 유지시키기 위해 도관공사를 통해 수집 벨트와 유체 소통상태에 있는 1000rpm의 속도의 진공 송풍기에 의하여 진공을 가하였다. 중합체 입자는 충분히 침착성이어서 어떠한 다른 명백한 고정 힘이 없이도 마이라^(R)에 부착하였다.

[0152] HDPE 피브릴 및 입자의 층을 금속화된 마이라^(R) 기재의 표면 상에 침착시켰고, 침착된 층은 $0.4(\text{oz}/\text{yd}^2)$ ($14(\text{g}/\text{m}^2)$)의 기본 중량 및 0.001인치($25\mu\text{m}$)의 두께를 가졌다.

도면의 간단한 설명

[0037] 본 명세서에 포함되고 본 명세서의 일부를 구성하는 첨부된 도면은 본 발명의 바람직한 구현양태를 나타내고, 발명의 상세한 설명과 함께 본 발명의 원리를 설명하는 역할을 한다.

[0038]

도 1은 본 발명의 방법에서 사용되는 로터의 단면이다.

[0039]

도 2는 본 발명의 방법에서 사용되는 로터 및 수집 표면을 포함한 장치의 단면이다.

[0040]

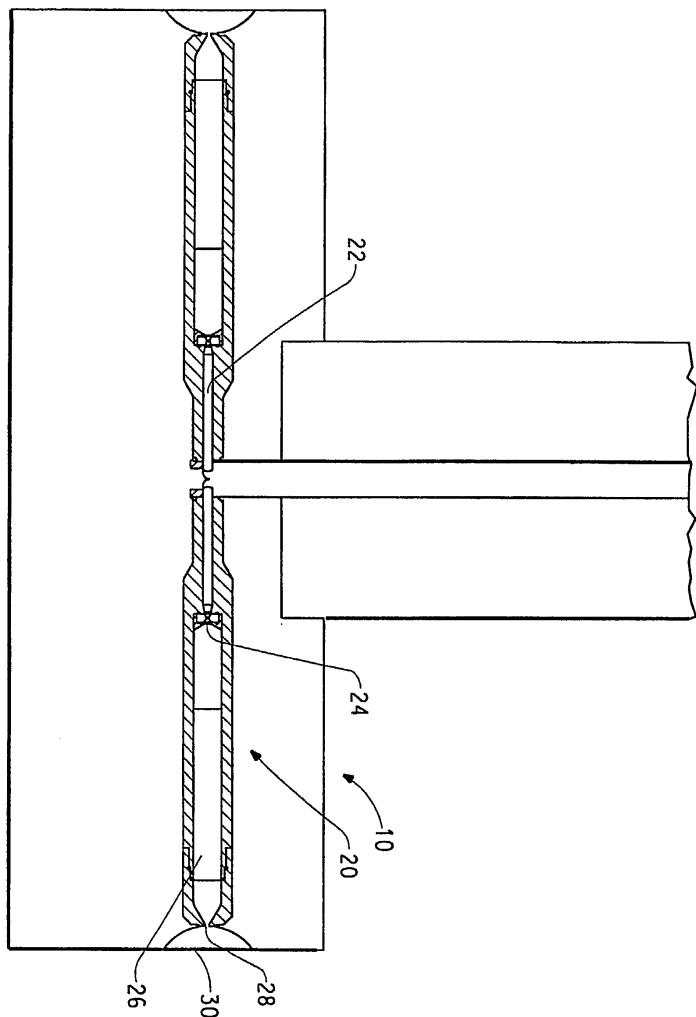
도 3은 본 발명에서 사용하기 위해 적절한 선행 기술의 수집 벨트를 나타내는 투시도이다.

[0041]

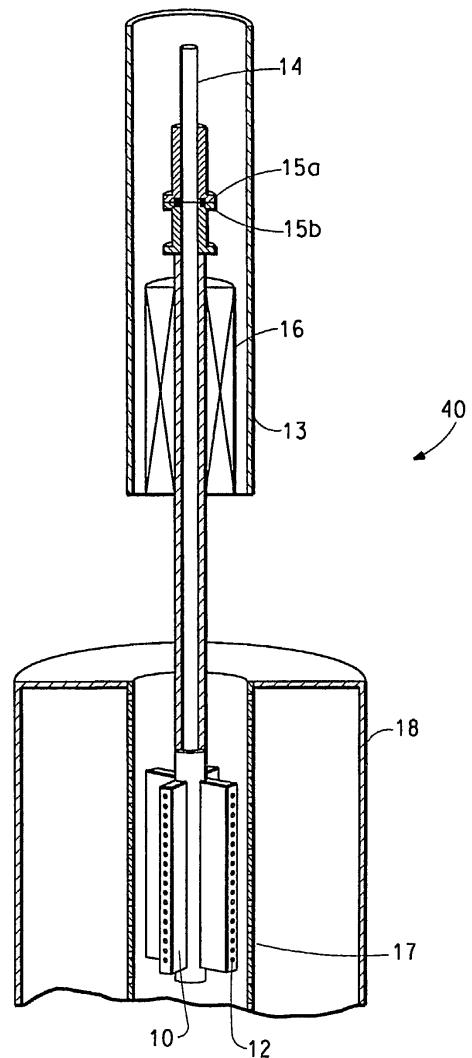
도 4는 본 발명의 방법에 의해 형성된 불연속 피브릴의 막 층 및 연속 스펜레이스 섬유의 미리 형성된 기재를 포함하는 복합 시트의 단면의 (주사 전자 현미경에 의한) 현미경 사진이다.

도면

도면1

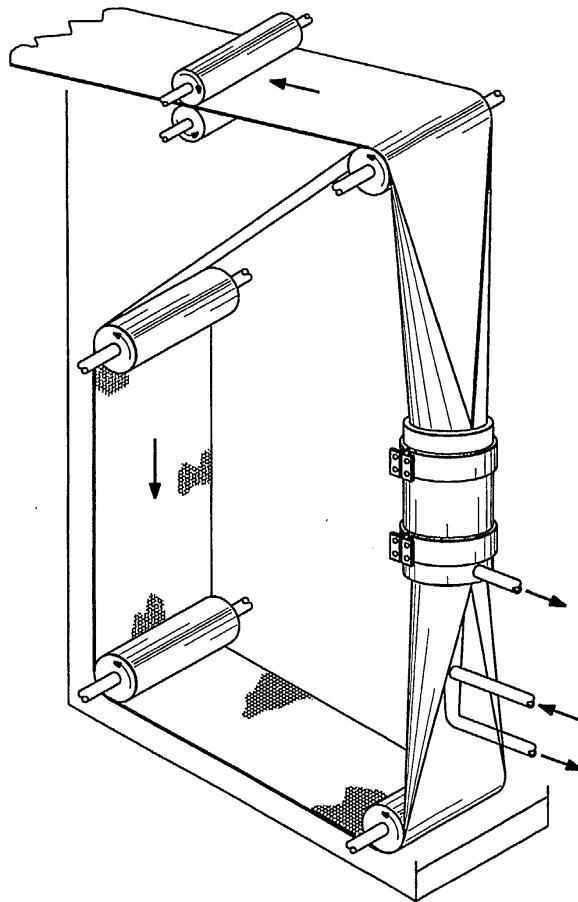


도면2



도면3

(선행 기술)



도면4

