

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 03821117.3

[51] Int. Cl.

D01F 6/90 (2006.01)

D01F 6/94 (2006.01)

D04H 1/42 (2006.01)

D21H 13/26 (2006.01)

[45] 授权公告日 2007年9月5日

[11] 授权公告号 CN 100335692C

[22] 申请日 2003.8.8 [21] 申请号 03821117.3

[30] 优先权

[32] 2002.9.4 [33] FR [31] 02/10913

[86] 国际申请 PCT/FR2003/002495 2003.8.8

[87] 国际公布 WO2004/022823 法 2004.3.18

[85] 进入国家阶段日期 2005.3.4

[73] 专利权人 盖尔麦公司

地址 法国科尔马

[72] 发明人 V·劳伦兹

[56] 参考文献

US - 5917137 1999.6.27

审查员 高德洪

[74] 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利
商标事务所

代理人 王杰

权利要求书 2 页 说明书 14 页 附图 1 页

[54] 发明名称

包含纤维和/或类纤维的制品、纤维和类纤维
以及它们的制备方法

[57] 摘要

本发明特别涉及新制品，尤其是包含纤维和/或
类纤维的非织造制品。本发明还涉及新纤维和类纤
维以及这些纤维和类纤维的制备方法。

1. 基于纤维的加固的制品的制备方法，其特征在于该方法包括：
a)由包含至少耐热聚合物和选自多硫化合物和聚砜的热塑性聚合物的聚合物的混合物形成纤维和/或类纤维，b)由至少所述纤维和/或类纤维生产该制品，和c)通过在高于所述热塑性聚合物的玻璃化转变温度的温度下进行热压制来加固所述制品。

2. 权利要求1的方法，其特征在于耐热聚合物选自芳族聚酰胺、芳族聚酰胺酰亚胺或聚酰亚胺。

3. 权利要求1的方法，其特征在于热塑性聚合物选自聚醚砜或聚亚苯基砜。

4. 上述权利要求之一的方法，其特征在于热塑性聚合物和耐热聚合物在同一溶剂中是可溶的。

5. 权利要求1-3之一的方法，其特征在于聚合物的混合物包含至少10重量%的热塑性聚合物。

6. 权利要求1-3之一的方法，其特征在于纤维是通过混合耐热聚合物和热塑性聚合物并在随后对混合物进行纺丝而获得的。

7. 权利要求6的方法，其特征在于该混合物通过将聚合物溶解在溶剂中来制备。

8. 权利要求7的方法，其特征在于所述溶剂是非质子极性溶剂。

9. 权利要求8的方法，其特征在于所述溶剂选自DMEU、DMAC、NMP、DMF。

10. 权利要求6-8之一的方法，其特征在于纺丝是湿法纺丝。

11. 权利要求6-8之一的方法，其特征在于纺丝是干法纺丝。

12. 权利要求1-3之一的方法，其特征在于类纤维是通过混合耐热聚合物和热塑性聚合物并在随后在剪切应力的作用下沉淀该混合物而获得的。

13. 权利要求1-3之一的方法，其特征在于所述制品是非织造制品或纸。

14. 权利要求 1-3 之一的方法，其特征在于热压制是在可引起至少热塑性聚合物的热蠕变的压力和温度的条件下实施的。

15. 权利要求 14 的方法，其特征在于，当热压制时，温度介于热塑性聚合物的玻璃化转变温度和软化温度之间。

16. 权利要求 15 的方法，其特征在于，当热压制时，所述温度为 200-350°C，压力大于或等于 5 巴。

17. 权利要求 16 的方法，其特征在于，所述制品是非织造类制品，并且热压制是通过在压力为 6 巴并且 250-280°C 的温度下在压延机中进行至少一次压制来实施的。

18. 权利要求 16 的方法，其特征在于，所述制品是纸类制品，并且热压制是通过在压力为 100-200 巴并且 280°C 的温度下在压延机中进行至少一次压制来实施的。

19. 权利要求 1 的方法，其特征在于热塑性聚合物在纤维或类纤维中的比例为 40-60%。

20. 权利要求 1 的方法，其特征在于所述制品还包括耐热纤维和/或类纤维，尤其是对芳族聚酰胺、间芳族聚酰胺或聚酰胺酰亚胺纤维。

21. 权利要求 1-20 之一的方法，其特征在于纤维的纤度小于或等于 13.2dtex。

22. 根据权利要求 1-21 之一的方法获得的制品在电绝缘领域中的用途。

23. 权利要求 22 的用途，其特征在于该制品还包括云母。

包含纤维和/或类纤维的 制品、纤维和类纤维以及它们的制备方法

本发明特别涉及新制品，尤其是包含纤维和/或类纤维（fibride）的非织造制品。本发明还涉及新纤维和类纤维以及这些纤维和类纤维的制备方法。

尤其是在电绝缘的领域中，人们力图获得具有良好耐温度性和良好机械性能和/或良好介电性质的产品。这些产品例如可以是由耐热纤维制成的非织造制品。在这种制品中，耐热纤维良好的粘结力是获得良好机械性能所必需的，甚至于同样地，制品的均匀致密结构是获得介电性质所必需的。为此，人们力图获得与制品有关的耐热纤维的良好粘结力。人们还力图获得制品的均匀且致密的结构。这些制品，根据它们的结构（尤其是它们的密度）和/或它们的配方，可具有机械增强和/或介电功能。

文献 US 2 999 788 例如提出了具有特定结构的合成聚合物或“类纤维”的颗粒的制备方法，该颗粒可与基于合成聚合物的纤维一起用于通过造纸方法形成粘结的纤维结构。可对该结构进行热压操作，引起类纤维的蠕变。但是通过在剪切介质中的沉淀而进行的这种类纤维的制备是复杂且昂贵的。另外，为了直接使用，这些类纤维应当置于含水介质中。因此其既不能被分离也不能轻易地运输，这限制了其应用。

文献 FR 2 163 383 提出了制备由基于不熔性或熔点高于 180°C 的材料纤维网层（nappe）构成的非织造制品，这些纤维之间通过聚酰胺-酰亚胺粘结剂来粘结，所用粘结剂的比例为所用干纤维的 5-150 重量%。但该树脂的浸渍是在溶剂中进行的溶液浸渍，这会对非织造物的性能产生不利影响。

为了改进非织造网层的可行性，文献 FR 2 156 452 提出了湿法制备由不可熔或熔点高于 180°C 的材料构成的纤维的非织造网层，这些纤维之间通过粉末状热塑性聚合物粘结。

即使在理论上可以通过造纸法来获得这种网层，但实际上它们的工业制备是困难的：实际上，合成纤维-基于树脂的粘结剂的混合物的粘结力非常差以致于不能被使用，尤其是该混合物没有足以动态制备的粘结力（如在商用造纸机上）；这种网层主要可在“Formette Franck”型实验室设备上制备，也就是说，正如从实施例所得出的结论那样以静态和不连续的方式制备。

文献 FR 2 685 363 提出了湿法制备由耐热性高于或等于 180°C 的纤维构成的纸，这些纤维之间通过纤维粘结剂和化学粘结剂来粘结。

为保证制品（如非织造制品）中的纤维的粘结力而使用粘结剂所带来的问题尤其是在使用粘结剂方面的困难和成本。

本发明提供了没有上述缺陷的包含纤维和/或类纤维的新制品，尤其是非织造制品。本发明还提供新纤维和类纤维，和这些纤维和类纤维的制备方法，以及通过这些纤维和类纤维获得的制品，如非织造制品。本发明纤维或类纤维的热塑性部分尤其起到了上述化学粘结剂的作用。它在一定压力和温度下尤其具有“蠕变”性质。因而，这些制品中的耐热纤维的粘结力得到了保证，它们的热性能和机械性能令人非常满意。这些制品可具有均匀致密的结构，因而具有良好的介电性质。

因此，本发明的第一目的涉及包含至少纤维和/或类纤维的制品，其特征在于纤维和类纤维由包含至少以下物质的聚合物的混合物形成：

- 耐热聚合物

和

- 热塑性聚合物，选自多硫化合物和聚砜。

本发明的第二目的涉及如上所述的纤维和类纤维以及它们的制备方法。

本发明的第三目的涉及如上所述的制品在电绝缘领域中的用途。

本发明的耐热聚合物优选是不熔性的，或者玻璃化转变温度高于 180°C，优选高于或等于 230°C，或者更高。本发明的耐热聚合物在高于 180°C 的温度下具有长期的耐热性（也就是说尤其保持它们的物理性能）。该耐热聚合物优选是聚芳酰胺或聚酰亚胺。可提到的聚芳酰胺的例子包

括芳族聚酰胺，如商标名为 Nomex®的聚合物，或者聚酰胺酰亚胺，如商标名为 Kermel®的聚合物。可提到的聚酰亚胺的例子包括根据文献 EP 0119185 获得的商标名为 P84®的聚酰亚胺。芳族聚酰胺可以是专利 EP 0360707 中描述的那些。它们也可以根据专利 EP 0360707 中描述的方法制备。

热塑性聚合物选自多硫化合物和聚砜。可以提到的多硫化合物的例子包括对聚苯硫（下文称作 PPS）。聚砜（下文称作 PSU）的例子包括聚醚砜（下文称作 PESU）或聚亚苯基砜（下文称作 PPSU）。

这些热塑性聚合物的玻璃化转变温度为小于或等于 250 °C，这可以使它们在本发明制品中尤其起到化学粘结剂的作用，并在一定压力和温度下“蠕变”。这些聚合物还具有良好的热稳定性，这是因为它们属于高于 130 °C 的热级（热指数）。这对于获得具有良好热稳定性的制品来说是有利的。

根据本发明的一个优选实施方式，热塑性聚合物和耐热聚合物可溶于同样的溶剂中。有利地，溶剂是非质子极性溶剂。它更优选地选自 DMEU、DMAC、NMP、DMF。

有利地，本发明的纤维或类纤维包括至少 10 重量%的热塑性聚合物。

类纤维是非纤维颗粒的小颗粒，或者为非刚性的薄膜形式。其三维中的两维约为几微米。它们的微小性和柔软性可以使它们置于交织的物理构型中，就象通常在由纸浆形成的纸中遇到的那样。

本发明纤维优选具有 0.5dtex-13.2dtex 的纤度。本发明的纤维优选具有 1-100mm 的长度。

本发明纤维可具有各种截面形状，如圆形、三叶形、“片形”。“片形截面的纤维”是指其长/宽比大于或等于 2 的纤维。

本发明的纤维或类纤维可进行加油处理。

根据本发明制品的一个特定实施方式，纤维可通过混合耐热聚合物和热塑性聚合物并在随后将混合物纺丝来得到。

本领域中已知的所有用于混合两种聚合物的方法都可使用。优选地，通过将聚合物溶解在至少一种共同溶剂中来获得聚合物的混合物。热塑

性聚合物和耐热聚合物例如可在单个反应器中一起、同时或相继地溶解在溶剂或者彼此可混溶的溶剂混合物中。这些聚合物例如还可在两个不同容器中分别溶解在同一溶剂或者彼此可混溶的不同溶剂中，然后将聚合物溶液混合在一起。

溶解条件（如温度）可由本领域技术人员根据所使用的聚合物和溶剂的性质来决定。该溶解例如可在加热、搅拌下进行，以利于溶解。

可在室温下进行溶解。优选地，溶解温度为 50-150 °C。

溶解用溶剂有利地是非质子极性溶剂。可使用二甲基亚烷基脲，例如二甲基亚乙基脲(DMEU)或二甲基亚丙基脲。优选地，它选自 DMEU、二甲基乙酰胺(DMAC)、N-甲基吡咯烷酮(NMP)、二甲基甲酰胺(DMF)。溶解用溶剂可以是非质子极性溶剂的混合物，如二甲基亚乙基脲与无水非质子极性溶剂如 NMP、DMAC、DMF、四甲基脲或 γ -丁内酯的混合物。

溶解后获得的聚合物溶液被称作胶棉。所获得的溶液优选是透明的。聚合物相对于溶液的总重量浓度优选为 5-40%。

该溶液还可包括添加剂如颜料、增强剂、稳定剂、消光剂(matifiant)。

该溶液还应当具有可使其纺丝的粘度，通常为 100-1000 泊。对于湿法纺丝来说，粘度优选为 400-800 泊，该粘度采用在商业上已知的商标名为 EPPRECHT RHEOMAT 15 的粘度计来测定。对于干法纺丝来说，粘度优选为 1500-3000 泊。

聚合物的混合还可在纺丝步骤中现场(en ligne)进行，如在纺丝过程中现场注射每种聚合物（溶解或未溶解在溶剂中）。

在本发明的范围内，本领域中已知的聚合物混合物，尤其是聚合物溶液的所有纺丝方法在此都可使用。

例如可以提到干法纺丝，根据该方法，聚合物溶液（溶液状态的成纤维物质(substance fibrogène)）在下述环境下通过毛细管被挤出，该环境有利于去除溶剂，如在温度保持在接近或高于溶剂沸点的蒸发气氛中，并可使长丝固化。消除从蒸发容器中出来的长丝的残余溶剂。为此，它们可用水（任选地用沸水）并在一定压力下洗涤；常规方法干燥，优选在高于 80 °C 的温度下进行。还可在减压和/或惰性气氛中在大于或等

于 160 °C 的温度下对其进行热处理。在除去其残余的溶剂之后对其进行拉伸处理，例如在高于 250 °C，优选高于 300 °C 的温度下，优选在没有氧的存在下进行。

根据本发明的一个特定实施方式，纺丝方法是湿法纺丝，根据该方法，聚合物溶液（成纤维物质的溶液）在凝固浴中被挤出。

根据待纺丝溶液的粘度，纺丝溶液的温度可在一个大的范围内变化。例如，低粘度溶液在常温下可以很容易挤出，而为了避免在纺丝器中使用过大的压力，高粘度溶液优选地在加热（如 120 °C 甚至更高温度）的条件下挤出。纺丝溶液有利地被保持在 15-40 °C，优选 15-25 °C。

本发明方法中使用的凝固浴优选是含有 30-80 重量%，优选 40-70 重量%的溶剂或溶剂混合物的水溶液，该溶剂优选是二甲基亚烷基脲（DMAU）或 DMF 或者它们的混合物，不过通常有利地使用含有大于 50 重量%的溶剂的浴，以获得具有更好的可拉伸性并因此具有更好的最终性能的长丝。

优选地，待纺丝溶液的聚合物具有接近的凝固速度。

在凝固浴中的纺丝速度可在一个大的范围内变化，这取决于其溶剂浓度和该浴中的长丝的路程的距离。尽管可以达到更高的速度，但凝固浴中的该纺丝速度可以很容易地在例如 10-60m/min 之间选择。出于该方法经济效益方面的原因，低速纺丝通常并不是有利的。另外，在凝固浴中过高的纺丝速度会降低长丝在空气中的可拉伸性。因而，在凝固浴中的纺丝速度的选择要兼顾对于成品长丝来说所希望的经济效益和质量。

以凝胶状态从凝固浴中出来的长丝随后被拉伸，例如在空气中，在由 $(V2/V1) * 100$ 之比确定的比率下进行，其中 V2 是拉伸辊的速度，而 V1 是输出辊的速度。凝胶状态的丝线的拉伸率大于 100%，优选大于或等于 110% 或者更高，例如大于或等于 200%。

优选在空气中，通常通过在两系列辊之间穿经而进行拉伸之后，残余的溶剂通过已知方法消除，通常是采用逆流循环水或者在洗涤辊上洗涤的方法，优选在室温下。

根据本发明的另一个特定实施方式，纺丝方法是干法纺丝。

在上述的两种纺丝方法（干法纺丝和湿法纺丝）中，洗涤后的长丝随即通过已知的方法进行干燥，如在干燥装置中或在辊上。干燥温度可以在一个大的范围内变化，并且温度越高，干燥的速度越快。通常，有利地，在温度逐渐升高的情况下进行干燥，例如，该温度可以达到甚至超过 200°C。

可在随后对长丝进行热过拉伸处理，以改善它们的机械性能，尤其是它们的韧性，这对于某些应用来说是有利的。

所述热过拉伸可以采用任何已知的方式来实施：炉、板、辊、辊和板，优选在密闭容器中。它在至少 150°C 的温度下进行，该温度可达到甚至超过 200-300°C。其比率通常为至少 150%，但它根据成品丝线所需的质量而可以在一个大的范围内变化。总拉伸率因而至少为 250%，优选至少 260%。

拉伸和任选的过拉伸一起可分为一个或几个阶段，连续或不连续地利用上述操作来进行。而且，过拉伸可与干燥结合在一起。对此只需预计就足够了，即在干燥结束时，较高的温度区可以进行过拉伸。

所获得的长丝随后按照本领域技术人员已知的方法切成纤维形式。

根据本发明制品的另一个实施方式，类纤维是通过混合耐热聚合物和热塑性聚合物并在随后在剪切应力下沉淀该混合物而得到的。

耐热聚合物和热塑性聚合物的混合可采用类似于上述针对纤维所描述的方式进行。

本发明的类纤维尤其可以通过在专利 US 3 018 091 所述类型的类纤维化设备中通过沉淀聚合物溶液而得到，在该设备中，聚合物在其沉淀时经受剪切作用。

根据本发明的一个特定实施方式，制品是非织造制品。所述非织造制品的形式为薄片、膜、毡，并且通常其可选择不会涉及任何织物操作（如纺纱、针织、织造）的任何粘结的纤维结构。

所述制品可通过单一类型的纤维，或与之相反通过纤维的混合物来获得。本发明的非织造制品包括至少部分本发明纤维和/或类纤维。本发明制品可包括不同性质的纤维和/或不同性质的类纤维。除了本发明的纤

维和/或类纤维之外，非织造制品可包含例如对芳族聚酰胺、间芳族聚酰胺、聚酰胺酰亚胺等类型的耐热或增强纤维和/或类纤维。

非织造制品可包含例如本发明的纤维和耐热纤维。在所述制品包含类纤维的情况下，所述制品可包含例如本发明的纤维和根据第一实施方式的耐热聚合物的类纤维；或者所述制品可包含例如耐热纤维和根据其它实施方式的本发明类纤维。

本发明的非织造制品可通过使用本领域技术人员已知的用于制备非织造制品的方法和设备来获得。本发明的制品通常通过采用“成网(napping)”步骤(即在表面上分布纤维和/或类纤维的步骤)并且随后采用所获得结构的“固化”步骤而获得。

根据本发明的一个有利的实施方式，“成网”步骤是通过“干法”(“drylaid”)，例如尤其是由其长度为40-80mm的本发明纤维来实施的。纤维例如可使用常规梳理机器进行处理。

根据本发明的另一个有利实施方式，“成网”步骤通过“湿法”或“造纸方法”(“wetlaid”)来实施。在该实施方式中使用的纤维通常长度为2-12mm，优选3-7mm，它们的纤度(以décitex表示)通常是0.5-20。理论上可使用长度大于12mm的纤维，但实际上，较长的纤维会彼此缠结在一起，从而需要大量的水，这将导致该方法更繁重复杂。

根据该实施方式，非织造制品通过在水中加入该制品的不同成分而获得，这些成分是：纤维和由基于耐热性大于或等于180°C的合成聚合物的浆料(如对芳族聚酰胺)构成的纤维粘结剂和/或基于耐热性大于或等于180°C的合成聚合物的类纤维和/或本发明的类纤维，以及任选的需要的助剂、添加剂或填料。

基于耐热性大于或等于180°C的合成聚合物的浆料通常采用已知方式由常规长度的纤维，尤其是小纤维获得，从而为其提供大量的多层交织点并提高其比表面。在合成纤维当中，只有非常结晶状的纤维可被小纤维化(fibrillée)。这种情况适用于聚酰胺和全芳族聚酯，但非常结晶状的其它聚合物可沿着纤维轴分裂或者可小纤维化。

为了改善某些性能，根据所希望的性能的不同还可使用不同比例的

助剂、添加剂或填料；例如，可加入云母以进一步增强制品的介电性质。

制备非织造制品的“造纸方法”在本领域技术人员所熟知的。

通过上述成网步骤获得的结构的“固化”步骤可按照本领域技术人员已知的任何方法来实施。优选地，“固化”是通过热来实施的，如通过制品的热压制。热压制的温度通常高于制品中含有的本发明纤维和/或类纤维的热塑性聚合物的玻璃化转变温度。优选地，热压制温度介于热塑性聚合物的玻璃化转变温度和软化温度之间。

根据本发明的一个有利的实施方式，热压制的温度为 200-350°C。优选地，压力大于或等于 5 巴。

所述压制确保了本发明制品的压实和固化。其通常伴随有制品中所含本发明纤维和/或类纤维的热塑性聚合物在制品结构中的蠕变。

热压制并不限于所述实施方法。非织造制品的任何热压制方法都可使用。

例如可使用压力机或具有加热辊的压延机来实施所述压制。可在压制设备上实施多次压制，以获得所需的密度。

本发明优选的热压制方法是压延。

根据本发明的一个特定实施例，热压制是使用压力机来连续实施的。

通过压制获得的制品是各种各样的，并且根据所采用的热压制条件（尤其是温度、压力和压制时间）和制品配方（尤其是制品中所含本发明纤维和/或类纤维的量以及在这些纤维和/或类纤维中存在的热塑性聚合物的量）而有所不同。

这些参数的选择是根据制品类型和该制品所希望具有的性能来进行的。

本发明制品尤其可用于电绝缘的领域中。

制品的作用根据它们的密度并因此根据它们的刚性/介电性质而有所不同。它们例如可用在绝缘系统中（在该系统中，主要绝缘体是油或树脂），作为插在两个部件之间用于电绝缘的机械“隔片”或“加强件”。所述制品还可被直接用作“干”型绝缘系统中的绝缘体。

本发明还涉及纤维，其特征在于它由包含至少以下物质的聚合物的

混合物形成:

- 耐热聚合物

和

- 热塑性聚合物, 选自多硫化合物和聚砜。

并且其特征在于它具有小于或等于 13.2dtex 的纤度。

本发明还涉及类纤维, 其特征在于它由包含至少以下物质的聚合物的混合物形成:

- 耐热聚合物

和

- 热塑性聚合物, 选自多硫化合物和聚砜。

以上涉及耐热聚合物、热塑性聚合物、本发明制品的纤维和类纤维、纤维的制备方法和类纤维的制备方法的描述在此均同样地适用于如上所述的本发明纤维和类纤维。

本发明的第三目的还涉及如上所述的本发明制品在电绝缘领域中的用途。

通过阅读下面的实施例, 本发明的其它细节和优点将会变得更加清楚。

实施例

实施例 1-3: 热塑性聚合物/耐热聚合物的混合物的制备

实施例 1

在加热并搅拌的反应器中加入 180kg 的 DMEU 溶剂。将该溶剂首先加热到 60-120°C 的温度。将透镜状颗粒形式的聚合物 PESU (MW 80000-90000g/l) 分 10 等份加到热溶剂中。每份所需的时间与搅拌的强度和温度有关。添加聚合物直到其占混合物的 20-40 重量%。

介质中聚合物的含量影响其粘度。例如, 在 25°C, 21% 时粘度为 350 泊; 28% 时粘度为 460 泊。

通过在 60-120°C 的温度下加热混合包含 PESU 的上述介质和聚酰胺酰亚胺 Kermel® 在 DMEU 溶剂 (MW 150000g/mol (苯乙烯当量), 粘度: 在 25°C 下为 600 泊) 中的 21 重量% 的溶液来制备热塑性聚合物 PESU

与聚酰胺酰亚胺 Kermel®的混合物。混合物中两种溶液的比例用聚合物 PESU 在干物质中的比例表示，并且是 40-60%。

实施例 2

通过使用具有高剪切梯度和高循环比的设备，通过将聚合物 PESU 溶解在聚酰胺酰亚胺 Kermel®在溶剂 DMEU 中的 13 重量%的溶液中来直接获得聚酰胺酰亚胺 Kermel®/PESU 的混合物。

实施例 3

根据实施例 1 的操作方式制备含有 PESU 的介质。与聚酰胺酰亚胺 Kermel®(其形式为 21 重量%的聚酰胺-酰亚胺 Kermel®在 DMEU 溶剂中的溶液)的混合物是在纺丝时通过下述的这种操作来制成的，即将两种溶液联合注射到公共管道中，该管道位于插入到用于给纺丝机供料的该管道中的静态混合器的上游。通过调节体积测量泵的旋转速度来保证混合物中两种溶液的比例符合要求。

实施例 4 和 5: 热塑性聚合物/耐热聚合物的混合物的纺丝

实施例 4:

实施例 1-3 的 PESU/聚酰胺酰亚胺 Kermel®的混合物按照湿法纺丝方法来纺丝。聚合物 PESU 的部分为 40 重量%。下述条件作为实例表示所采用的纺丝参数:

纺丝器 50 μ m 的 10.000 孔

凝固浴 55%的溶剂, 19°C

纺丝速度 14m/min

拉伸率: 2x

所获得的最终纤度: 4.4dtex

在常规条件下将纤维干燥, 卷曲和切割(纤维长度=60mm)。

实施例 5

实施例 1-3 的 PESU/聚酰胺酰亚胺 Kermel®的混合物按照湿法纺丝方法来纺丝。聚合物 PESU 的部分为 50%。下述条件作为实例表示所采用的纺丝参数:

纺丝器 40 μ m 的 10.000 孔

凝固浴 60%的溶剂，19°C

纺丝速度 14m/min

拉伸率：2x

所获得的最终纤度：2.2dtex

在常规条件下将纤维干燥。在常规条件下进行卷曲和切割。

实施例 6-8: 制品

按照本领域技术人员已知的方法，由实施例 4 的纤维通过“干法”和“固化”（梳理、成网、压延）来制备不同克重的非织造制品。

所用设备如下：

- 具有平行出口的 Garnett®型梳理机
- Asselin®成网机
- KTM®压延机

表 1 描述了所采用的操作条件和所获得的制品的特性。

机械强度和断裂伸长的性能是根据 1992 年 12 月的标准 NF-EN 来测定的。制品的厚度使用 Palmer®型测微计来测量。

表 1

实施例	实施例 6	实施例 7 (*)	实施例 8
压延速度 (m/min)	5	5	5
压延温度(°C)	250	250	270
压延压力(巴)	6	6	6
克重(g/m ²)	42	60	65
厚度(μm)	50	65	70
密度(g/cm ³)	0.84	0.92	0.93
纵向断裂力 (N/5cm)	20.2	41	60.9
纵向断裂伸长 (%)	1.4	2.1	2.9

(*)实施例 7 的制品经过两次压延操作的压制。

观察压延之后获得的蠕变和密度。

图 1 是在压延之后的实施例 8 的制品的表面照片。

图 2 是在压延之后的实施例 8 的制品的截面照片。

实施例 9-12: 由热塑性聚合物/耐热聚合物的混合物制备类纤维

按照文献 FR1214126 或 US4 187 143 中所述的方法, 在包含一定浓度的溶剂 DMEU 的含水凝固浴中, 为了获得所需的 PESU/聚酰胺酰亚胺 Kermel® 的浓度而用 DMEU 稀释的实施例 1 的 PESU/聚酰胺酰亚胺 Kermel® 的混合物在强剪切作用下进行沉淀。表 2 描述了类纤维的制备条件。

表 2

实施例	沉淀前 PESU/聚酰胺酰亚胺 Kermel® 的重量比 (%)	在凝固浴中的溶剂的重量比 (%)
9	9.5	25
10	15	50
11	9.5	0
12	9.5	50

类纤维的特性使用 MORFI 设备 (测定造纸纤维素纤维的常规设备) 来测定。表 3 描述了这些特性。

表 3

实施例	9	10	11	12
长度 (mm)	0.315	0.431	0.351	0.289
宽度 (μm)	40.2	44.6	49.7	30.3
细屑 (Eléments fins) (%长度)	19.5	11.0	14.7	24.9
细屑的比率 (%表面)	1.6	0.4	0.6	3.6

实施例 13-16: 从类纤维获得的制品

将等重量的实施例 9-12 的类纤维与长度为 6mm 的聚酰胺酰亚胺 Kermel® 纤维混合。这四个制剂被用于在 FRANK 型的 Formette 设备上按照传统造纸方法湿法造纸。试样所需的密度是 80g/m²。纸的特性记录

在表 4 中。

水分率定义如下：

$$\text{水分率}(\%) = (1 - [(\text{加入质量}(\text{g}) - \text{压制后质量}(\text{g})) / \text{加入质量}(\text{g})]) * 100$$

表 4

实施例	类纤维	厚度 (μm)	设备中 加入的 质量(g)	设备中 压制后 的质量 (g)	水分率 (%)	克重 (g/m^2)	松厚度 (main) (cm^3/g)
13	Ex. 9	199.6	2.506	2.448	98	77	2.6
14	Ex.10	238.8	2.516	2.478	98	81	2.9
15	Ex.11	199.5	2.517	2.342	93	74	2.7
16	Ex.12	191.3	2.525	2.500	99	77	2.5

干燥后获得的纸的特征在于它们的机械性能(表 5)，并且其特征在于在设备 BENDTSEN 上在 1.47kPa 的压力下根据传统造纸工业方法的透气性(表 6)。

表 5: 纸的机械强度

实施例	13	14	15	16
断裂力(N)	1.78	2.37	1.05	3.23
抗拉强度 (N/m)	119	158	70	216
抗拉指数 (Nm/g)	1.55	1.95	0.94	2.84
断裂伸长(%)	1.89	2.61	1.16	2.09
弹性模量 (MPa)	558	370	638	632
抗扯裂强度 (mN)	820	1600	560	1400
抗扯裂指数 (Nm/g)	3.27	6.07	2.32	5.6

表 6: 透气性

实施例	13	14	15	16
平均 (ml/min)	50.5	58.7	876.8	1.4
根方差		4.9	124.9	0.2

实施例 17-24: 由类纤维通过热压获得的制品

实施例 13-16 的纸在 280°C 下在具有盘的实验室压力机上进行热压处理:

-100 巴时为 10 分钟

-200 巴时为 5 分钟。

表 7: 压制的纸的厚度

压力	实施例	17	18	19	20
100 巴	制品	Ex.13	Ex.14	Ex.15	Ex.16
	平均厚度(μm)	125.8	137.3	125.7	121.5
	松厚度(cm^3/g)	1.63	1.69	1.69	1.57
压力	实施例	21	22	23	24
200 巴	制品	Ex.13	Ex.14	Ex.15	Ex.16
	平均厚度(μm)	123.1	122	116.4	121.4
	松厚度(cm^3/g)	1.59	1.50	1.57	1.58

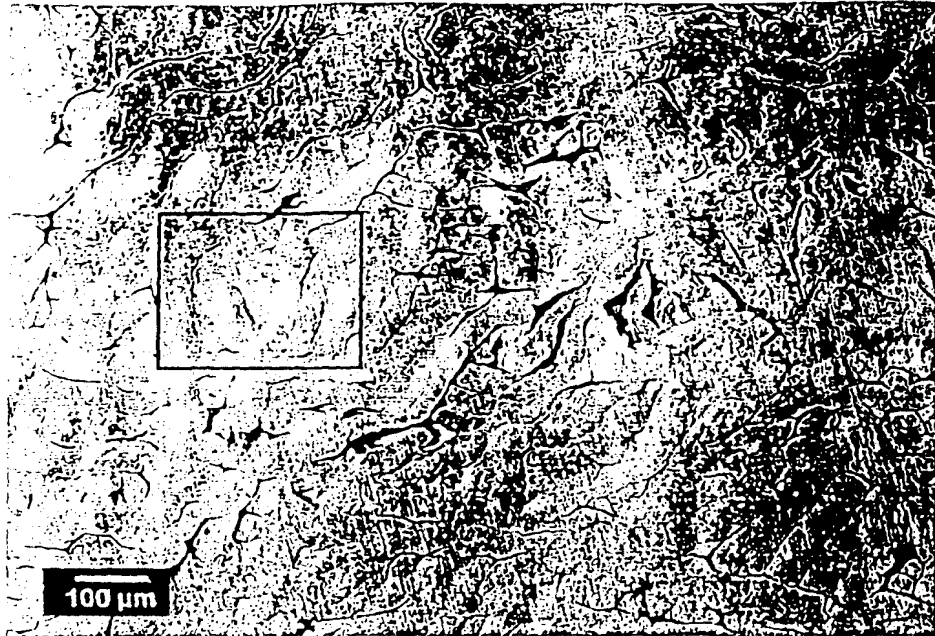


图 1

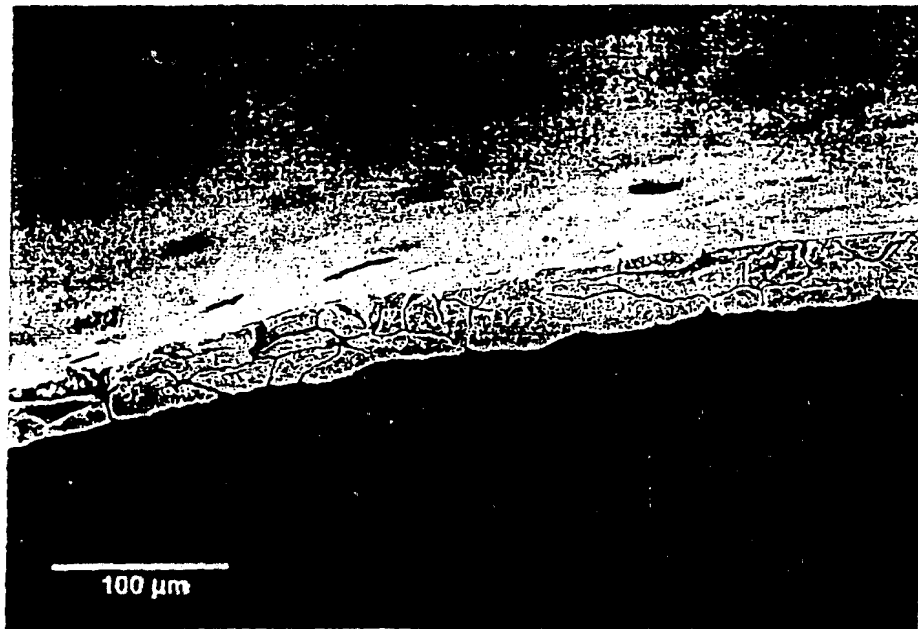


图 2