



## (12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106574401 B

(45)授权公告日 2019.10.11

(21)申请号 201580044322.9

(22)申请日 2015.07.15

(65)同一申请的已公布的文献号  
申请公布号 CN 106574401 A

(43)申请公布日 2017.04.19

(30)优先权数据  
14/742768 2015.06.18 US  
14/796350 2015.07.10 US

(85)PCT国际申请进入国家阶段日  
2017.02.17

(86)PCT国际申请的申请数据  
PCT/US2015/040566 2015.07.15

(87)PCT国际申请的公布数据  
W02015/196217 EN 2015.12.23

(73)专利权人 纳幕尔杜邦公司  
地址 美国特拉华州

(72)发明人 J.范米维德 C.施米茨 J.马蒂尤

N.S.布拉布斯 O.斯科普亚克

C.勒莫伊内 S.雷布拉特

(74)专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司  
72001

代理人 邹松青 安文森

(51)Int.Cl.  
D01D 5/11(2006.01)  
D01F 6/04(2006.01)

(56)对比文件  
US 3169899 A, 1965.02.16,  
US 3169899 A, 1965.02.16,  
CN 1379830 A, 2002.11.13,  
CN 102812170 A, 2012.12.05,  
US 3655498 A, 1972.04.11,  
US 6096421 A, 2000.08.01,  
US 7179413 B1, 2007.02.20,  
WO 03/076483 A2, 2003.09.18,

审查员 高思洋

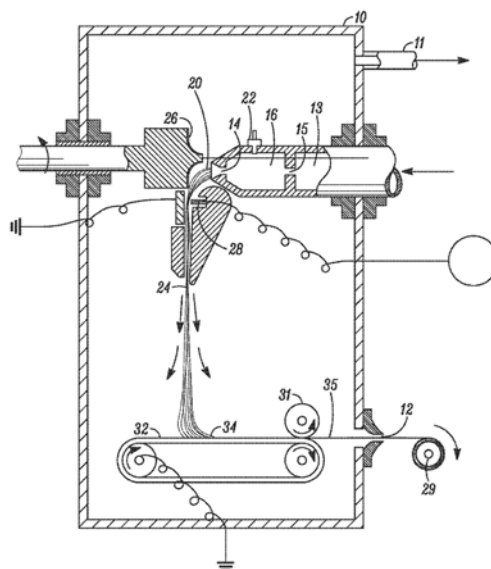
权利要求书1页 说明书8页 附图4页

### (54)发明名称

闪纺丛丝股线和片材

### (57)摘要

本发明提供了一种闪纺丛丝纤维股线,其具有小于 $12\text{m}^2/\text{g}$ 的BET表面积、至少 $0.9\text{mm/g}$ 的挤压力,其中所述纤维股线主要包含由聚乙烯形成的纤维,所述纤维具有小于55%的总结晶度指数,以及由其制成的片材。



1. 一种热或机械固结的片材,包括闪纺丛丝纤维股线,其包含具有小于或等于55%的总结晶度指数的纤维,并且所述闪纺丛丝纤维股线具有小于或等于 $12\text{m}^2/\text{g}$ 的BET表面积、大于或等于 $0.9\text{mm/g}$ 的挤压值,其中,所述纤维股线主要包含由乙烯的均聚物形成的纤维;

其中所述纤维股线主要包含所述纤维,所述纤维由高密度聚乙烯形成,并且具有如由X-射线特征确定的单斜晶结构和斜方晶结构,并且所述单斜晶结构的结晶度指数高于1%;

所述片材利用包括下述i)和ii)的混合物的纺丝剂介质由闪纺工艺产生,其中:

i) 是二氯甲烷或者反式-1,2-二氯乙烯;和

ii) 是2,3-二氢十氟戊烷、1,1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6-十三氟己烷、1,1,1,2,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6-十二氟己烷、或者氢氟醚。

2. 根据权利要求1所述的片材,其中所述纤维具有小于或等于52%的总结晶度指数。

3. 一种多层结构,其包括大量的两个或更多个片材或股线,其中至少一个片材为根据权利要求1所述的片材。

## 闪纺丛丝股线和片材

### 技术领域

[0001] 本发明涉及适用于防护服装、空气过滤和其它最终用途应用的闪纺丛丝片材、织物或纤维网。

### 背景技术

[0002] 防护服装包括连身工作服、罩衣、工作服和其它服装,其目的是保护穿着者免于暴露于穿着者周围环境中的东西,或保护穿着者的周围环境免受穿着者污染。防护服装的示例包括在微电子制造洁净室中穿着的套装、医疗服和罩衣、脏连身工作服以及为了避免液体或颗粒穿着的套装。防护服对其适用的具体应用取决于用于制备服装的织物或片材材料的组成,以及将织物或片材的各个片一起保持在服装中的方法。例如,一种类型的织物或片材材料对于用于危险化学防护服中而言可以是优异的,然而对于用于医用衣服而言太昂贵或不舒适。另一种材料对于用于洁净室套装而言可以是轻质且足够透气的,但对于脏工作应用而言不够耐用。

[0003] 织物或片材材料的物理特性确定了材料所适用的防护服装应用。已经发现对于各种各样的防护服应用而言,期望用于制备防护服的材料提供对液体诸如体液、油漆或喷雾的良好屏障保护。还期望用于制备防护服装的材料阻隔细小的污垢、灰尘和纤维颗粒的通道。用于防护服装的织物或片材材料的另一组期望特性在于材料具有足够的强度和抗撕裂性,使用所述片材材料制成的服装在预期工作条件下不丧失其完整性。还重要的是用于防护服的织物和片材材料传递和消散湿气和热以便允许穿着者在穿着服装的同时进行体力劳动但不变得过热和出汗。最后,大部分防护服材料必须具有回弹性,所述回弹性允许其在被挤压或以其它方式变形时恢复其形状。挤压后的恢复是常用于回弹性的量度。在本发明的上下文中,回弹性包括弹性和塑性变形两者,只要材料在已经移除作为挤压的原因的应力梯度之后基本上恢复其原始形状和基本特性即可。

[0004] 形成服装的织物的粘结可能需要织物材料与其它材料熔合。在材料具有减小的结晶结构的情况下,此类熔合更容易。因此,需要一种织物,其具有如由挤压值所证明的高回弹性,和比迄今为止可得的更低的结晶度,使得与其它层的粘合增强。存在在定位或使用感兴趣的材料的时可发生变形的多种情况。然后期望材料恢复其初始形状和基本特性。

### 发明内容

[0005] 在一个实施方案中,本发明涉及闪纺丛丝纤维股线,其具有小于或等于55%的总结晶度指数。

[0006] 在另一个实施方案中,纤维股线具有小于 $12\text{m}^2/\text{g}$ 的BET表面积、大于或等于 $0.9\text{mm}/\text{g}$ 的挤压值。在另一个实施方案中,纤维股线主要包含由聚乙烯形成的纤维。

[0007] 在另一个实施方案中,纤维股线包含主要由聚乙烯形成的纤维,所述纤维具有小于52%的总结晶度指数。

[0008] 本发明的纤维股线还可具有如由本文所述的X-射线分析确定的单斜晶结构和斜

方晶结构,并且所述单斜晶结构的结晶度指数等于或高于1%。

[0009] 在另一个实施方案中,本文所公开的从丝纤维股线的实施方案中的任一个可固结成片材结构。然后可将该片材结构任选地热粘结或机械粘结。

[0010] 在另一个实施方案中,本发明涉及多层结构,其包括大量的两个或更多个固结片材。

[0011] 本发明的多层结构还可包括大量的两个或更多个片材,其中至少一个片材为聚乙烯片材,其包括本文所述的实施方案中任一个所述的从丝结构。例如,从丝结构可以为由根据本文所述的实施方案中任一个所述的纤维股线制成的固结片材。在另一个实施方案中,一个或多个从丝片材可以热固结。

## 附图说明

[0012] 图1示出例示了用于制备闪纺从丝片材的方法的纺丝单元的示意性、未按比例绘制的剖视图。

[0013] 图2为来自具有单斜晶结构或斜方晶结构的聚乙烯的X-射线信号的例示。

[0014] 图3示出本发明实施例和比较例的总结晶度指数对BET的曲线图。

[0015] 图4示出本发明实施例和比较例的挤压对总结晶度指数的曲线图。

## 具体实施方式

[0016] 本发明申请人特别地将所有引用的参考文献的完整内容引入本公开中。此外,当量、浓度或其它值或参数以范围、优选范围或优选上限数值和优选下限数值的列表形式给出时,其应被理解为具体地公开由任何范围上限或优选数值和任何范围下限或优选数值中的任何一对所构成的所有范围,而不管这些范围是否被单独地公开。凡在本文中给出某一数值范围之处,该范围均旨在包含其端点以及在该范围内的所有整数和分数,除非另行指出。不旨在将本发明的范围限制为限定范围时所列举的具体数值。

[0017] 如本文所用,术语“聚合物”通常包括但不限于均聚物、共聚物(诸如例如嵌段、接枝、无规和间规共聚物)、三元共聚物等,以及它们的共混物和修饰形式。此外,除非另外具体限定,术语“聚合物”应包括所述材料所有可能的几何构型。这些构型包括但不限于全同立构、间同立构、以及无规对称。

[0018] 如本文所用,术语“聚乙烯”旨在不仅涵盖乙烯的均聚物,而且涵盖其中至少85%的重复单元为乙烯单元的共聚物。

[0019] 如本文所用,术语“非织造物、片材或纤维网”表示以无规方式定位以形成平面材料而没有可辨别的图案(如针织织物中可见的图案)的各根纤维或线的结构。就该定义而言,可以一些优选的方式或方向局部组织其本身的各个纤维仍然被认为以无规方式定位。

[0020] 如本文所用,“纵向”是片材的平面内的长方向,即,其中制备片材的方向。“横向”是垂直于纵向的片材平面内的方向。

[0021] 如本文所用,术语“从丝”是指多个无规长度的细的、带状、膜-原纤元件的三维整体网络,并且具有小于约25微米的中值原纤宽度。在从丝结构中,膜-原纤元件一般与该结构的纵向轴线共延对齐,并且它们以不规则的间隔在该结构的遍及长度、宽度和厚度的多个位置中间歇联合和分离以形成连续的三维网络。

[0022] 术语“纺丝液”是指使用本文所述的纺丝设备纺丝的总组合物。纺丝液包括聚合物和纺丝剂。

[0023] 术语“纺丝剂”是指用于初始溶解聚合物以形成纺丝液的溶剂,或者溶剂和任何添加剂、溶解助剂的混合物,以及与其的共混物。

[0024] 所谓“多层结构”是指复合结构,其包括不同材料的层,所述层分层并且任选地在其表面的至少一部分上以面对面布置的方式粘结。在一个实施方案中,本发明的多层结构涉及大量的两个或更多个片材,其中至少一个片材为聚乙烯片材,其包括如本文所述的任何从丝结构。

[0025] 本发明的实施方案

[0026] 在一个实施方案中,本发明涉及闪纺从丝纤维股线,其具有小于或等于55%的总结晶度指数。

[0027] 在另一个实施方案中,纤维股线具有小于 $12\text{m}^2/\text{g}$ 的BET表面积、大于或等于 $0.9\text{mm}/\text{g}$ 的挤压值。在另一个实施方案中,纤维股线主要包含由聚乙烯形成的纤维。

[0028] 在另一个实施方案中,纤维股线包含主要由聚乙烯形成的纤维,所述纤维具有小于52%的总结晶度指数。

[0029] 本发明的纤维股线还可具有如由本文所述的X-射线分析确定的单斜晶结构和斜方晶结构,并且所述单斜晶结构的结晶度指数等于或高于1%。

[0030] 在另一个实施方案中,本文所公开的从丝纤维股线的实施方案中的任一个可固结成片材结构。然后可将该片材结构任选地热粘结或机械粘结。

[0031] 在另一个实施方案中,本发明涉及多层结构,其包括大量的两个或更多个固结片材。

[0032] 本发明的多层结构还可包括大量的两个或更多个片材,其中至少一个片材为聚乙烯片材,其包括本文所述的实施方案中任一个所述的从丝结构。例如,从丝结构可以由根据本文所述的实施方案中任一个所述的纤维股线制成的固结片材。在另一个实施方案中,一个或多个从丝片材可以热固结。

[0033] 用于制备闪纺从丝片材,并且具体地讲Tyvek® 纺粘烯烃片材材料的方法,首先描述于授予Blades等人的美国专利3,081,519中。(转让给DuPont。)该'519专利描述了一种方法,其中在高于液体的标称沸点的温度下并且在自生压力或更大下,将聚合物的液体纺丝剂溶液(所述液体纺丝剂在低于液体的标称沸点时不是聚合物的溶剂)纺成较低温度和显著较低压力的区域,以产生从丝膜-原纤股线。如授予Anderson等人的美国专利3,227,794中所公开的(转让给DuPont),当聚合物和纺丝剂溶液的压力在即将闪纺之前在减压室中略微降低时,使用Blades等人中公开的方法最佳获得从丝膜-原纤股线。

[0034] 对本发明例示选择的一般闪纺设备类似于授予Brethauer等人的美国专利3,860,369中所公开的设备,所述文献以引用方式并入本文。用于闪纺纤维形成聚合物的系统和方法完全公开于美国专利3,860,369中,并示于图1中。闪纺工艺通常在室10中进行,该室有时被称为纺丝单元,其具有纺丝剂移除口11和用以将过程中形成的非织造片材材料移除的开口12。通过加压供应管道13将包含聚合物和纺丝剂的混合物的纺丝液提供给纺丝喷嘴14。纺丝液从供应管13通过室开口15到室16。在某些纺丝应用中,室16可用作减压室,其中压力减小导致纺丝液的相分离,如授予Anderson等人的美国专利3,227,794中所公开的。可提供

压力传感器22以监测室16中的压力。

[0035] 接着室16中的纺丝液穿过纺丝喷嘴14。据信加压聚合物和纺丝剂从室16进入纺丝喷嘴中的通道形成靠近喷嘴附近的拉伸流体,其有助于对聚合物取向。当聚合物和纺丝剂从喷嘴释放时,纺丝剂快速膨胀为气体并留下原纤化丛丝膜-原纤。气体通过端口11离开室10。优选地,将气态纺丝剂冷凝以重新用于纺丝液。

[0036] 从纺丝喷嘴14释放的聚合物股线20通常针对旋转的偏转器挡板26取向。旋转挡板26将股线20展开成更加平面的结构24,使得挡板交替指向左和右。当展开的纤维股线从挡板下降时,纤维股线被静电充电,以便使纤维股线以展开的构型保持直至纤维股线24到达移动带32。纤维股线24沉积在带32上以形成棉絮34。将带接地以有助于确保带电纤维股线24在带上的适当定位。纤维棉絮34可以在辊31下通过,所述辊将棉絮压缩成略固结的片材35,其由以重叠的多取向构型取向的丛丝膜-原纤网络形成。所述片材35通过出口12离开纺丝室10,然后在片材收集辊29上收集。

[0037] “热固结”或“热粘结”片材是通过本发明纤维网的热固结制成的片材。热粘结方法的一些示例为通过气体粘结、蒸汽缠结、超声波粘结、拉伸粘结、热压延、热辊压花、热表面粘结。

[0038] 热表面粘结可通过如授予David的美国专利3,532,589对于硬粘结表面所述的方法来进行。在该方法中,丛丝片材随后通过加热鼓-冷却鼓-加热鼓-冷却鼓上方以热粘结材料的两个侧面。将加热鼓保持在可导致丛丝结构部分熔融的温度下,以包括片材的粘结。冷却鼓具有将温度降低至一定值的目的,其中当不受约束时片材将不收缩或变形。在粘结过程期间,片材被柔性带轻轻压缩以具有受控收缩。

[0039] 另选地,丛丝片可借助于压花辊和橡胶涂覆的支撑辊粘结以粘结片材的一个或两个侧面。压花辊可以是平滑的或包含不同图案,例如,但不限于示于以下参考文献中的那些,即,点状图案(US 3,478,141、US 6,610,390、US 2004/241399 A1)、肋状图案(US2003/0032355 A1)、无规图案(US 7,744,989)或不同的图案(US 5,964,742)。片材可穿过压花辊与橡胶涂覆的支撑辊的一个或多个位点。此外,在压花辊和支撑辊对之前和之后,片材可与预热辊或冷却辊接触,如US 5,972,147中所述。最终,在粘结过程中,材料可例如通过按钮式结块破碎机软化,如由Dempsey在US 3,427,376中所述。

## 实施例

[0040] 测试方法

[0041] 在说明书、实施例和权利要求中,采用以下测试方法来测定各种报道的特性及性能。

[0042] 丛丝纤维股线产品的表面积是闪纺产品的原纤化程度和细度的量度。表面积通过S. Brunauer、P. H. Emmett和E. Teller、J. Am. Chem.Soc.,第60卷,第309-319页(1938)的BET氮吸收方法测量,并以平方米/克( $\text{m}^2/\text{g}$ )为单位报告。

[0043] 挤压值表示纤维股线在压缩之后恢复其初始形状的能力。其使用以下程序来测定:从Reemay<sup>®</sup>片材中拉出不同尺寸的三种丛丝纤维股线。三种样品称重为约一克、两克和三克。所报告的挤压值为对三种样品测量的值的平均值。在施加最小压力以避免挤压的情况下,将每个样品丛丝股线成形为球形,并且然后以克为单位将样品称重。使用由丙烯酸样

本夹持器和挤压机构成的挤压测试仪测量每个样品的挤压值。样品夹持器包括圆柱形部分,其具有2.22英寸的内直径(5.64cm)和2.72英寸(6.91cm)的外直径。圆筒的中心位于测量为6.00英寸乘以6.00英寸(15.24cm乘以15.24cm)的正方形基底的几何中心处。挤压机包括圆柱形冲头杆(直径 = 0.75英寸(1.91cm)),所述冲头杆具有位于冲头杆的一端处的第一盘形表面(所述盘具有0.25英寸(0.64cm)的厚度和2.20英寸(5.59cm)的直径),和与第一盘间隔开1.50英寸(3.81cm)的冲头杆上的第二盘。第二盘也具有0.25英寸(0.64cm)的厚度和2.20英寸(5.59cm)的直径。所述盘的尺寸设计为略小于圆柱形样本夹持器的内直径,以便允许空气在挤压期间从样品中逸出。将从丝样本一次一个置于样本夹持器中,并且在挤压之前将具有约2.2英寸(5.59cm)直径的薄纸片置于从丝样本的顶部上。然后将冲头杆插入圆柱形样本夹持器中使得第一盘型表面接触纸片。第二盘用于维持冲头杆的轴与圆柱形样本夹持器的轴对齐。通过在冲头杆上放置21b(0.91kg)砝码来挤压每个从丝股线样本。通过测量从圆柱形样本夹持器的底部到挤压机的底部的样品的高度来获得挤压高度(mm)。在约2分钟之后,从样本中移除冲头和砝码,将纸片保留在适当位置以有利于测量样本的恢复高度。使每种样品恢复约2分钟,并且通过从样本夹持器的四个侧面中的每个的中心测量纸的高度并平均测量值来获得样本的恢复高度(mm)。通过从平均恢复高度中减去平均挤压高度并除以样本重量的平均值来计算挤压值(mm/g)。挤压值是在挤压之后样品恢复其初始尺寸的程度的量度,其中值越高说明初始样本高度的恢复越大。

[0044] 结晶度指数

[0045] 聚乙烯的结晶度指数使用根据以下程序的X-射线分析来测量。

[0046] 反射衍射仪 $\theta$ - $\theta$  (Bragg-Brentano几何结构)可配有波长为1.54Å的Cu-K $\alpha$  x-射线管源以及1-维检测器。将样品水平安装在衍射仪中心处的平坦夹持器上并且垂直于散射矢量;在测量期间,样品在该平面上旋转。

[0047] 用于测定结晶度指数的方法是基于结晶区的散射强度对总强度的比率的,如S.L.Aggarwal, G.P.Tilley, Determination of crystallinity in polyethylene by X-Ray diffractometer, *Journal of Polymer Science*, 第18卷, 第17-26页, 1955中所述。在该公布中报告的分析仅考虑其中存在斜方晶相的情况。另外,还可存在单斜晶相,并且在那些情况下,施用下文所述的程序。

[0048] 1. 减去以散射角 $2\theta = 13 \pm 1$ 至 $29 \pm 1^\circ$ 绘制的局部线性背景。

[0049] 2. 散射信号拟合有四个不同的峰:一个与无定形漫散射相关联( $2\theta = 21.8^\circ$ , 峰宽(半高全宽,FWHH)~4.5至 $5^\circ$ ,具有积分强度 $I_{\text{无定形的}}$ ),两个峰与聚乙烯斜方晶形的110( $2\theta = 21.59^\circ$ ,  $I_{110}$ )和200( $2\theta = 24.03^\circ$ ,  $I_{200}$ )反射相关联,并且最后的峰与聚乙烯单斜晶形的100( $2\theta = 19.47^\circ$ ,  $I_{100}$ )反射相关联。允许引用的角位置略变化说明预期的 $2\theta$ 移位。结晶峰的宽度(FWHH)为 $\sim 1^\circ$ 。对于观察到的强度,充分考虑到高斯峰形状,但是Pearson VII峰形状也与良好的结果一起使用。使用Grams AI峰拟合软件。

[0050] 3. 由结晶与总散射的比率计算总结晶度指数。结晶散射定义为来自结晶峰的积分强度的总和(单斜晶和斜方晶)。总散射定义为结晶峰和无定形峰的积分强度的总和。

[0051] 总结晶度指数 =  $CI_{\text{总}} = \frac{I_{110} + I_{200} + I_{100}}{I_{110} + I_{200} + I_{100} + I_{\text{无定形的}}}$

[0052] 因此,部分结晶度指数 $CI_{斜方晶}$ 和 $CI_{单斜晶}$ 分别由这些表达式来计算。

$$[0053] \quad CI_{斜方晶} = \frac{I_{110} + I_{200}}{I_{110} + I_{200} + I_{100} + I_{无定形的}}$$

$$[0054] \quad CI_{单斜晶} = \frac{I_{100}}{I_{110} + I_{200} + I_{100} + I_{无定形的}}$$

[0055] 图2为使用具有单斜晶结构和斜方晶结构的聚乙烯的X-射线分析获得的X-射线信号的例示。各种结晶相通过峰轮廓以及相关的顶点位置和高度来区分。

[0056] 实验

[0057] 闪纺从丝纤维网在1加仑实验闪蒸纺丝单元上产生。本文所用的1加仑容量闪蒸纺丝设备是50cc单位的较大型式,其描述于美国专利5,147,586中。所述设备由两个高压圆筒室组成,其各自配备有适用于通过液压泵向室的内容物施加压力的活塞。所述圆筒各自具有1加仑的内部容量。所述圆筒通过具有静态搅拌器的通道彼此连接到一个端部。活塞通过由液压系统提供的高压油驱动。圆筒中的一个的输出附接到室,所述室在另一端部处具有喷丝头组件。将两个圆筒加热至类似于期望的纺丝温度的温度。将聚合物装入一个圆筒中。随后,对圆筒抽真空。通过高压泵加入纺丝剂以便获得期望的聚合物浓度。然后将聚合物和纺丝剂加热至如通过J型热电偶测量的期望的混合温度,并且通常在所述温度下保持60至120分钟。在加热期间,活塞用于另选地在两个圆筒之间建立不同的压力。该行为重复迫使聚合物和纺丝剂通过混合通道从一个圆筒到另一个圆筒,以提供混合并实现纺丝液的形成。在混合之后并且正好在纺丝之间,通过将另一个活塞移动至其圆筒的顶部而将内容物完全置于一个圆筒中。随后打开阀以将纺丝液引导至喷丝头的室开口。闪纺从丝纤维网由导流板引导到氮气吹扫的不锈钢包封件中的移动的Reemay®-覆盖的带上以收集从丝纤维网。

[0058] 材料说明

[0059] 二氯甲烷为技术级纯,来自Brenntag Northeast,81 W. Huller Lane,Reading, PA 19605,United states,并原样使用。二氯甲烷具有CAS Nr. 75-09-2。二氯甲烷也被称为亚甲基氯。

[0060] 2,3-二氢十氟戊烷是氢氟烃,其具有CAS Nr. 138495-42-8,购自E.I.DuPont de Nemours and Company,1007 Market Street,Wilmington DE,United States,并且原样使用。

[0061] 反式-1,2-二氯乙烯购自Diversified CPC International Inc. 24338 W. Durkee Rd. Channahon IL 60410-9719,United States,并且按原样使用。反式-1,2-二氯乙烯也被称为反式-1,2-二氯乙烯,并具有CAS Nr. 156-60-5。

[0062] HFE 7100为商业级氢氟醚,以商品名Novec™ 7100由3M™已知,购自3M Center, Building 224-3N-11,St. Paul MN 55144-1000。Novec™ 7100是贡献20 - 80重量%的甲基九氟异丁醚,CAS Nr. 163702-08-7,与贡献20 - 80重量%的甲基九氟丁醚,CAS Nr. 163702-07-6的混合物。Novec™ 7100的纯度为99.5%并且按原样使用。

[0063] 1H-全氟己烷(1,1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6-十三氟己烷)是具有CAS Nr. 355-37-3的氢氟烃。1H-全氟己烷购自Fluorox Inc.,1933 Davis St. Ste.294, San Leandro,



CA 94577, United States. 1H-全氟己烷具有高于98%的纯度并且按原样使用。

[0064] 1H,6H-全氟己烷(1,1,1,2,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6-十二氟己烷)是具有CAS Nr. 336-07-2的氢氟烃。1H,6H-全氟己烷购自Exfluor Research Corporation, 2350 Double Creek Dr., Round Rock, TX, 78664, United States. 1H,6H-全氟己烷具有高于95%的纯度水平并且按原样使用。

[0065] 实施例1和2以及比较例由高密度聚乙烯纺成,其具有2.35g/10min(根据EN ISO 1133,在190℃和5kg负载下测量)和24.5g/10min(根据EN ISO 1133,在190℃和21.6kg负载下测量)的熔体指数,0.96g/cm<sup>3</sup>的密度(根据EN ISO 1183测量)。实施例3至6由高密度聚乙烯纺成,其具有0.74g/10min(根据ASTM D 1238,在190℃和2.16kg负载下测量)和29.6g/10min(根据ASTM D 1238,在190℃和21.6kg负载下测量)的熔体指数和0.95g/cm<sup>3</sup>的密度。

[0066] 本发明的片材由闪纺工艺产生,所述闪纺工艺由至少15cm<sup>3</sup>的上游减压室,和最小70巴表压的释放压力来进行,产生200至400旦尼尔的纤维。

[0067] 结果

[0068] 实施例。

[0069] 表1汇总了实施例的纺丝条件并且表2汇总了实施例获得的特性。

[0070] 表1

[0071]

例	纺丝液				纺丝条件	
	纺丝剂介质		组成	PE	温度	压力
	1	2	重量%/重量%;	重量%	℃	barg
1	DCM	2,3-二氢十氟戊烷	80.0/20.0	10	181.5	77.4
2	DCM	2,3-二氢十氟戊烷	80.0/20.0	12	193.8	91.3
3	DCM	1H-全氟己烷	80.0/20.0	12	193.4	97.9
4	DCM	1H,6H-全氟己烷	77.5/22.5	10	195.3	74.0
5	DCM	HFE 7100	75.0/25.0	8	192.1	129.5
6	反式-1,2-DCE	2,3-二氢十氟戊烷	77.5/22.5	10	186.6	70.9
7	反式-1,2-DCE	HFE 7100	75.0/25.0	8	189.2	79.4
8	DCM	HFE 7100	75.0/25.0	10	192.5	127.5

[0072] 表2

[0073]

例	纤维特性		结晶度指数		
	BET	挤压	单斜晶 $CI_{\text{单斜晶}}$	斜方晶 $CI_{\text{斜方晶}}$	总 $CI_{\text{总}}$
	$\text{m}^2/\text{g}$	$\text{mm}/\text{g}$	%	%	%
1	2.7	4.9	5.8	42.0	47.8
2	10.5	1.4	3.0	45.7	48.7
3	11.8	1.1	2.8	48.1	50.9
4	9.0	1.4	2.8	44.7	47.5
5	7.4	1.7	4.1	45.0	49.1
6	10.9	1.5	2.6	49.7	52.3
7	8.6	1.5	3.0	47.8	50.8
8	9.4	1.3	3.4	44.7	48.1

[0074] 表3汇总了比较例的纺丝条件并且表4汇总了比较例获得的特性。

[0075] 表3

[0076]

	纺丝液				纺丝条件	
	纺丝剂介质		组成	PE	温度	压力
例	1	2	重量%/重量%	重量%	℃	barg
A	正戊烷	环戊烷	75.0/25.0	20	199.6	99.0
B	正戊烷	环戊烷	75.0/25.0	20	179.3	69.4
C	正戊烷	环戊烷	75.0/25.0	20	211.0	113.2

[0077] 表4

[0078]

例	纤维特性		结晶度指数		
	BET	挤压	单斜晶 $CI_{\text{单斜晶}}$	斜方晶 $CI_{\text{斜方晶}}$	总 $CI_{\text{总}}$
	$\text{m}^2/\text{g}$	$\text{mm}/\text{g}$	%	%	%
A	14.0	1.0	0.2	61.7	61.9
B	23.1	0.6	1.0	56.7	57.7
C	4.7	2.6	0.3	65.3	65.6

[0079] 仅在纺丝条件和具有实施例中所所述的组合物的情况下可实现小于或等于 $12\text{m}^2/\text{g}$ 的BET表面积、大于或等于 $0.9\text{mm}/\text{g}$ 的挤压值、以及小于或等于55%的结晶度指数,这是满足本发明目的一组特性。比较例均不满足本发明所期望的特性组。

[0080] 图3中由烃纺丝剂制成的比较例A至C的总结晶度指数( $CI_{\text{总}}$ )对BET图由图中的黑色菱形示出,并且示出随 $CI_{\text{总}}$  BET下降。在其它纺丝剂体系的情况下,例1-8示为空白圆,图3示出随BET  $CI_{\text{总}}$ 增加的趋势。

[0081] 图4示出挤压值作为总结晶度指数的函数。就比较例而言,例A至C示为黑色菱形,挤压随增加的总结晶度指数而增加,然而对于实施例1-8(空白菱形)而言,高于 $0.9\text{mm}/\text{g}$ 的挤压值对应于低于55%的结晶度指数。

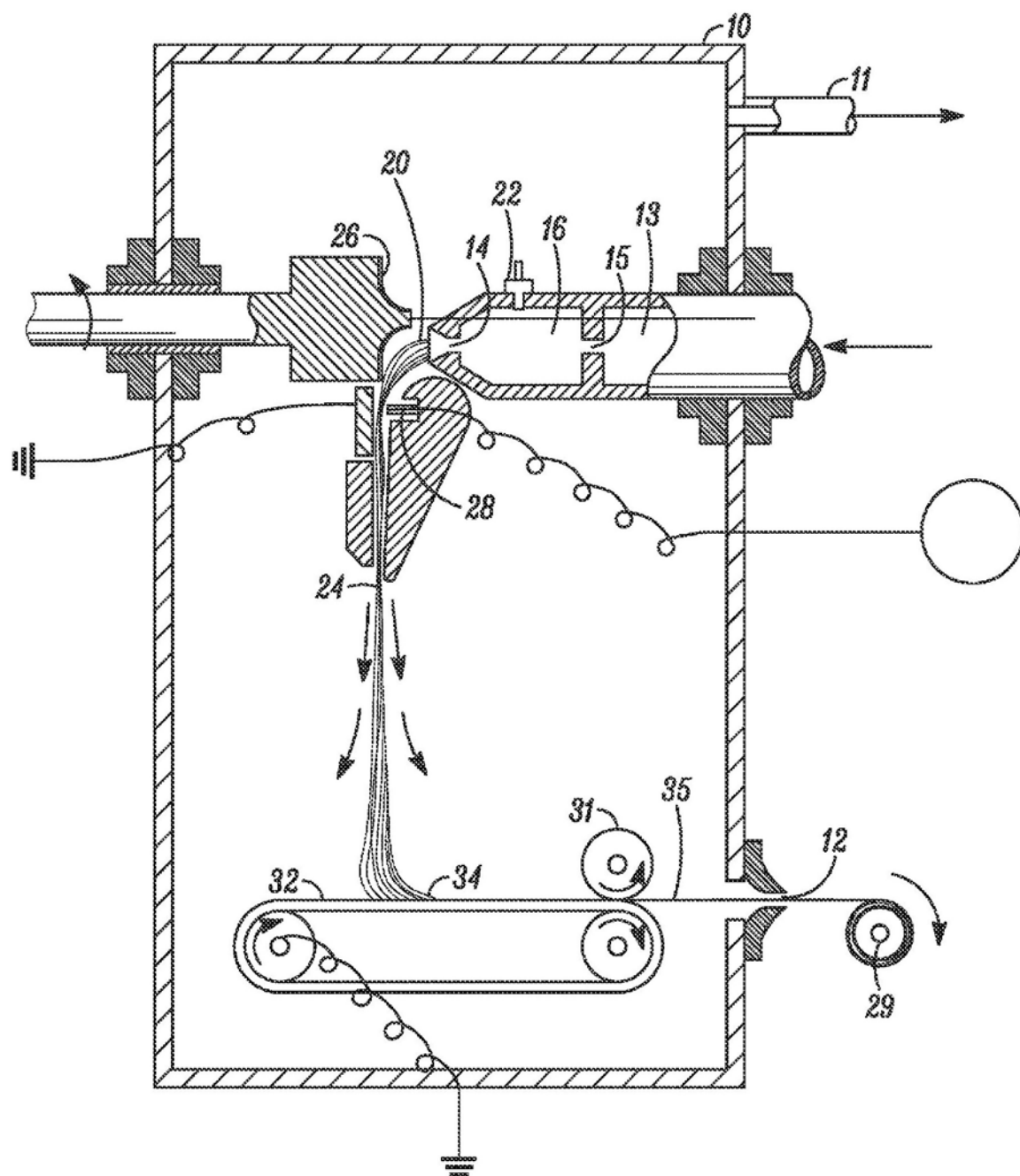


图 1

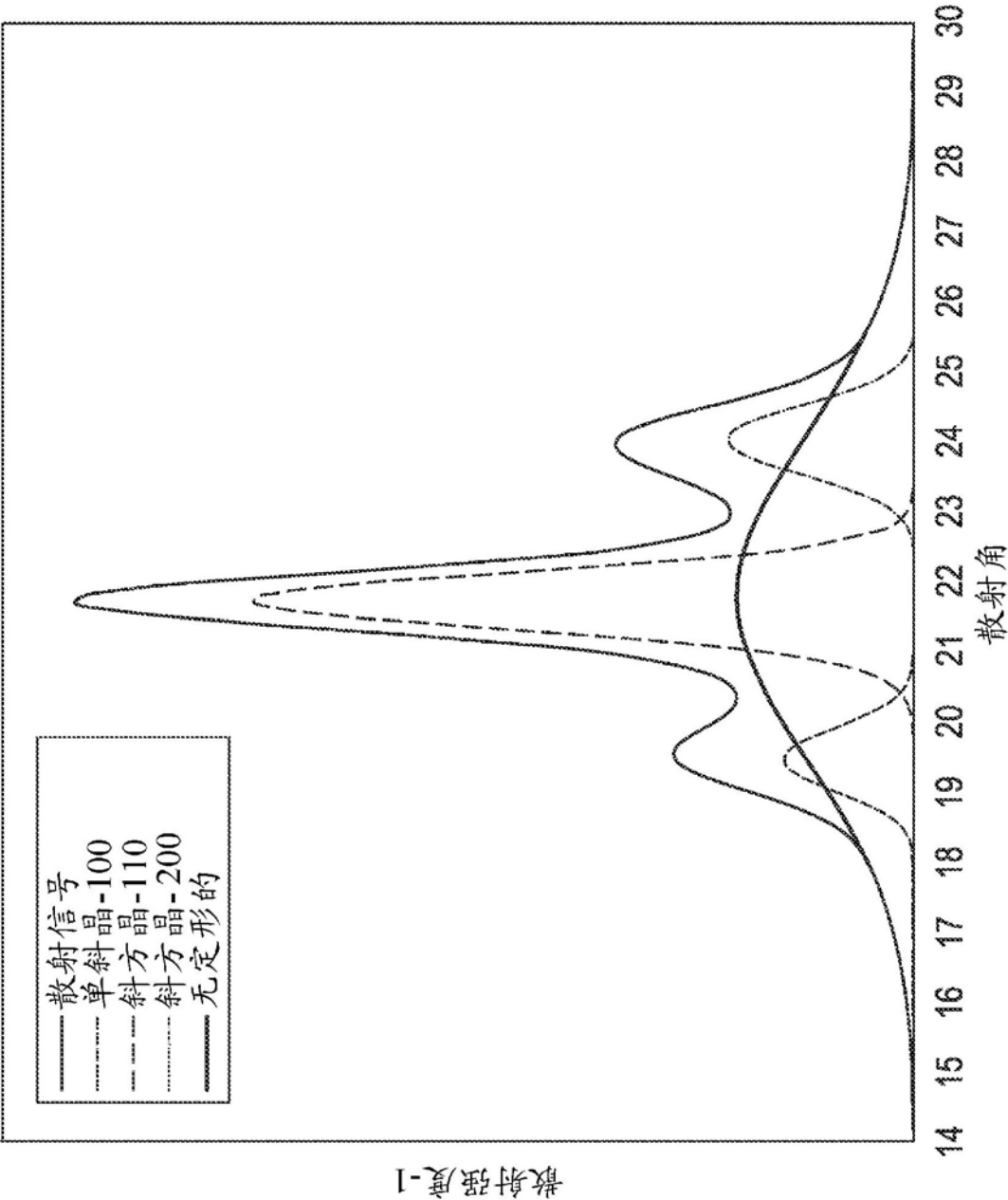


图 2

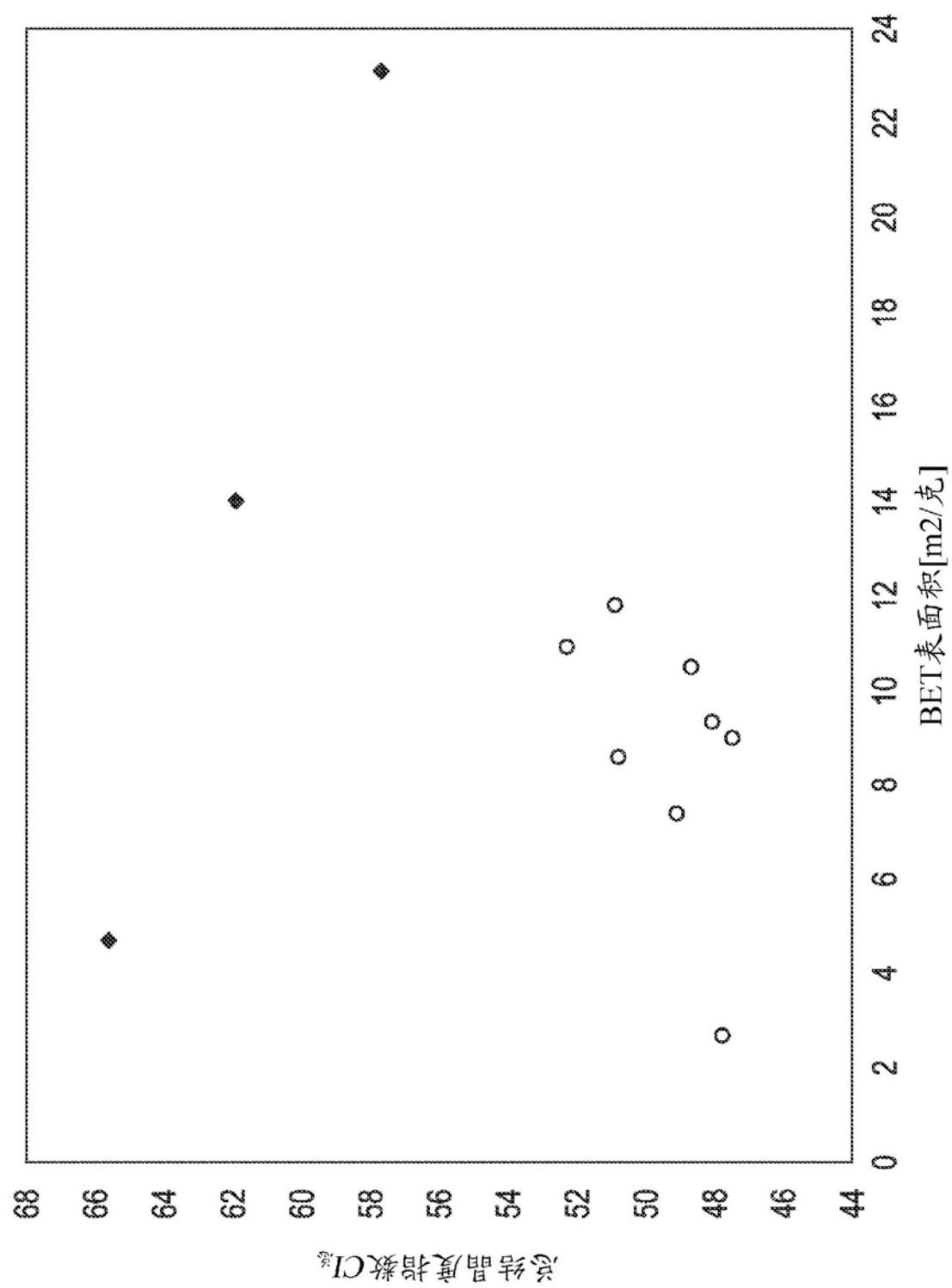


图 3

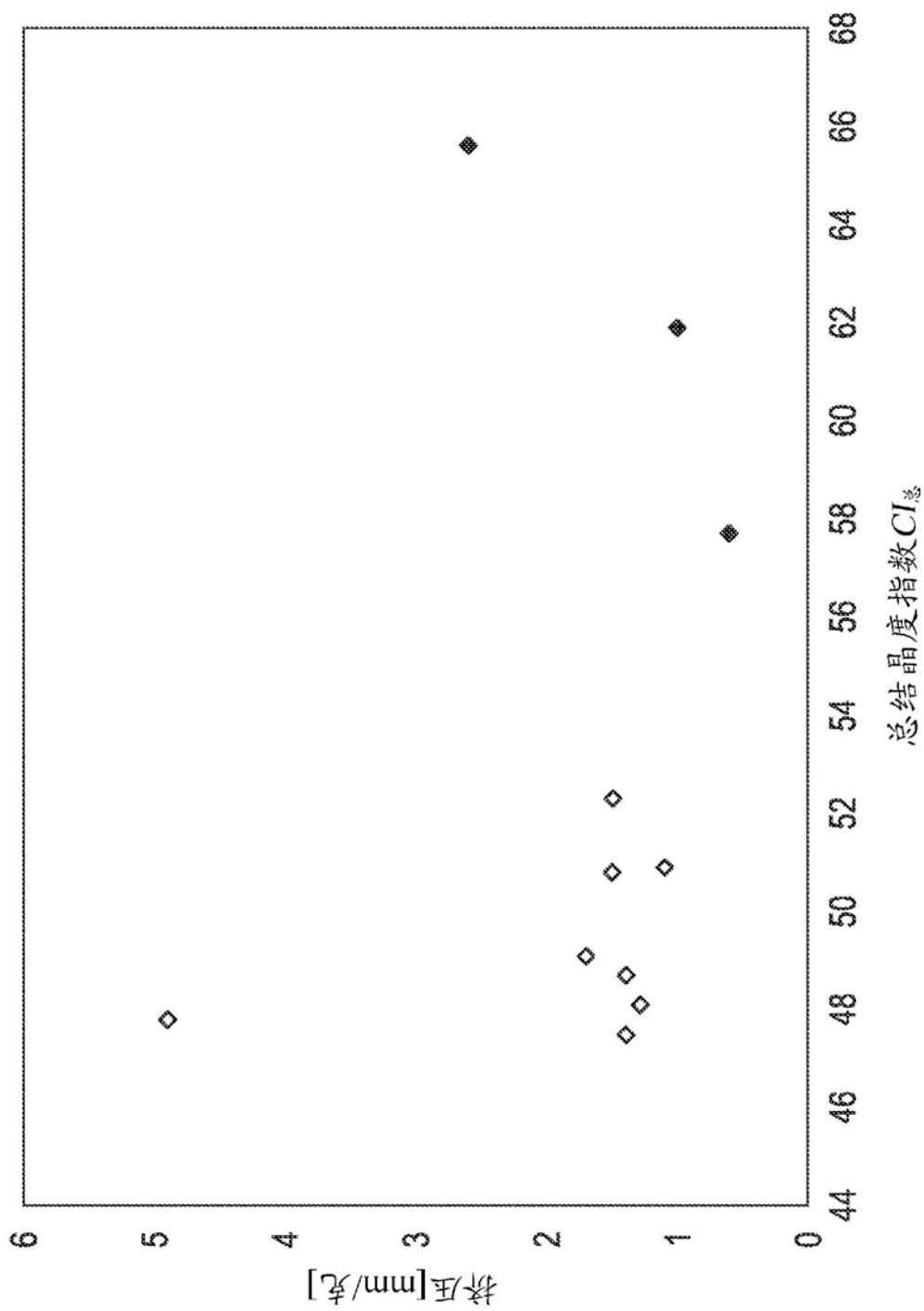


图 4