



FI 000112252B



SUOMI – FINLAND
(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS
PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN

(12) PATENTTIJULKAISU
PATENTSKRIFT

(10) FI 112252 B

(45) Patentti myönnetty - Patent beviljats

14.11.2003

(51) Kv.lk.7 - Int.kl.7

D01F 6/00

(21) Patentihakemus - Patentansökning

910471

(22) Hakemispäivä - Ansökningsdag

31.01.1991

(24) Alkupaivä - Löpdag

31.01.1991

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig

06.08.1991

(32) (33) (31) Etuoikeus - Prioritet

05.02.1990 US 474897 P

(73) Haltija - Innehavare

1 •FiberVisions, L.P., 1313 North Market Street, Wilmington, DE 19894, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(72) Keksijä - Uppfinnare

1 •Kozulla,Randall Earl, 1265 Classis Drive, Conyers, GA 30208-1221, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(74) Asiamies - Ombud: Heinänen Oy Patenttitoimisto
Annankatu 31-33 C, 00100 Helsinki

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning

**Korkealämpötilasietoisia kuitusidoksia
Högvärmetåliga fiberbindningar**

(56) Viitejulkaisut - Anförda publikationer

EP 279511 A, GB 738474 B, Derwent's abstracts nro 74-20083(11), JP 10052650 A

(57) Tiivistelmä - Sammandrag

Erittäin kestävä, kehruusulatteesta valmistettu kuitu, sen valmistaminen käyttäen hyväksi valikoivaa lankalinjan hapettavaa, ketjun katkaisevaa kuumun kuidun hajoamista, jolloin kuitu on kehrätty polymeerikomponentista/komponenteista jäähdytysvaiheen ollessa pitkitetty, sekä vastaava menetelmä ja materiaalit.

Uppfinningen avser en synnerligen hållbar fiber av spånadssmälta, dess tillverkning med utnyttjandet av selektivt sönderfall av en het fiber som oxiderar tråddlinjen och avbryter kedjan, varvid fibern har spunnits av en polymerkomponent/komponenter när nedfrysningsskedet är förlängat, samt ett motsvarande förfarande och materialier.

KORKEALÄMPÖTILASIETOISIA KUITUSIDOKSIA

Tämän keksinnön kohteena on sulakehrätty polyolefiinikuitu tai -säie ja menetelmä sen valmistamiseksi.

Tehokas, suurella nopeudella tapahtuva polyolefiinikuidun, kuten polypropyleenin, kehruu ja käsittely vaatii huolellista kehruusulatteen kemiallisen hajoamisasteen ja sulatteen virtausnopeuden (MFR) valvontaa, ja hyvin tehokasta jäähdytysvaihetta sekä yli- että alijäähdyttämisen (eli sulatteen halkeilun tai taipuisuuden puuttumisen) välttämiseksi suurella nopeudella tapahtuvan kaupallisen tuotannon aikana.

Tämä keksintö parantaa polymeerin hajoamisen, kehruu- ja jäähdytysvaiheiden hallintaa ja tuottaa kuidun tai säikeen kuitukankaiden valmistamiseksi, jolloin mainituilla kankailla on paremmat kestävyys-, sitkeys-, eheys- ja lämmönsitomisoimaisuudet.

Keksinnön mukaiselle kuidulle tai säikeelle sekä menetelmälle sen valmistamiseksi tunnusomaiset piirteet on esitetty patenttivaatimuksissa.

Edullisia ominaisuuksia saavutetaan esimerkiksi käyttämällä menetelmää, joka koostuu seuraavista vaiheista:

A. lisätään tehokas määrä ainakin yhtä hapettumisenestoainetta/stabilointiainetta kehruusulatteeseen, joka sisältää polyolefiinipolymeerin tai sekapolymeerin ja edullisesti polymeerin, joka sisältää laajan molekyyli-painojakautuman (moolimassan massakeskiarvo/lukukeskimääräinen moolimassa), kuten esimerkiksi isotaktinen polypropyleeni, hajoavan aineen läsnäollessa. Kehruulle sopiva sulatevirran nopeus (MFR) on noin 5-35, kun happea, happea sisältäviä kaasuja tai happea kehittäviä kaasuja ei ole olennaisesti läsnä.

Haluttaessa voidaan myös käyttää ja lisätä polymeerikuidun kehruualalla tunnettuja erilaisia muita lisäaineita, kuten

pigmenttejä, väriaineita, pH-arvoa stabiloivia aineita, voiteluaineita ja antistaattisia aineita määrin ollessa tavanomaisia (eli noin 1 - 10 % painon mukaan tai vähemmän);

B. kehrätään kehruusulate lämpötilassa, joka on edullisesti noin 250 - 325 °C polypropyleenin ollessa kysymyksessä. ja ilmakehän olosuhteissa, jotka suosivat vähän tai ei ollenkaan polymeerikomponentin/polymeerikomponenttien hapettavaa, ketjun katkaisevaa hajoamista mainitussa kehruusulatteessa kehruvaiheen aikana;

C. otetaan talteen tulokseksi saatu kuuma pursote (huonosti jäähdytetty tai olennaisesti jäähdyttämätön säie) happirikkaassa ilmakehässä, jotta saadaan riittävä happikaasun diffuusio kuumen pursotteen tai säikeen säielinjan hapettavan, ketjun katkaisevan hajoamisen aikaansaamiseksi; ja

D. tulokseksi saadun säikeen täydellinen jäähdyttäminen ja viimeistely, jotta saadaan suuresti hajonnut pintavyöhyke, jolla on matala molekyylipaino ja matala kahtaistaitteisuus; ja minimaalisesti hajonnut, kiteinen, kahtaistaitteinen sisäkonfiguraatio, jolloin mainitut kaksi vyöhykettä edustavat äärimäisiä konfiguraatioita, jotka rajoittavat ja määrittävät välituotteen polymeerisen hapettavan hajoamisen ja kiteisyyden välivyöhykkeen [komponentti (b) kuva 1], jonka paksuus riippuu olennaisesti kuidun poikkileikkausrakenteesta ja kuumen pursotteen tai säikeen jäähtymisnopeudesta ja hapen konsentraatiosta.

Tämän keksinnön kuidussa tai säikeessä käytetään edullisesti "laajamolekyylipainoista polyolefiinipolymeeria tai sekapolymeeria, kuten polypropyleenia sisältävää kehruusulatetta, johon on liitetty tehokas määrä ainakin yhtä hapettumisenestoaine/stabilointiainekoostumusta, jolloin

tulokseksi saatava kuitu tai säie sisältää jäädytettynä yhdistelmänä (viitaten kuvaan 1):

(a) sisävyöhykkeen, joka esitetään kaavamaisesti poikkileikkauksena kuvassa 1, ja jolle on tunnusomaista minimaalinen hapettava polymeerinen hajoaminen, suuri kahtaistaitteisuus ja moolimassan massakeskiarvo, joka on noin 100 000 - 450 000 ja edullisesti noin 100 000 - 250 000;

(b) välivyöhykkeen, joka on yleensä ulkoisesti samankeskisen kuvatun sisävyöhykkeen kanssa ja jolle on tunnusomaista lisäksi etenevä (sisäpuoli-ulkopuolelle) hapettava ketjun katkaiseva hajoaminen, jolloin välivyöhykkeessä polymeeraineen moolimassan asteittaisuus on vähäisempää kuin kuvan 1 "a"-vyöhykkeessä, minimiarvon ollessa vähemmän kuin noin 20 000 ja edullisesti noin 10 000 - 20 000; ja

(c) pintavyöhykkeen, joka on yleensä ulkoisesti samankeskisen kuin välivyöhyke ja määrittää kehrätyn kuidun tai säikeen ulkopinnan, jolloin tällaiselle pintavyöhykkeelle on tunnusomaista matala kahtaistaitteisuus, suuri konsentraatio polymeeriatonetta, jossa ilmenee hapettavaa, ketjun katkaisevaa hajoamista ja moolimassan massakeskiarvo, joka on vähemmän kuin noin 10 000 ja edullisesti noin 5 000 - 10 000.

Kuva 2 esittää kaavamaisesti poikkileikkausta vastaavasta kaksi komponenttia sisältävästä kuitu- tai säievyöhykkeestä, jossa (a'), (b') ja (c') on määritelty pääasiallisesti kuvan I elementtien a - c kaksoiskappaleena, kun taas elementti (d') esittää vastaavan tai erilaisen sulatekoostumuksen kaksi komponenttia sisältävää ydinelementtiä, jota käytetään kehrupakkauksen avulla tavanomaisesti, jolloin sisempi kerros (a') on yhteensopiva (eli kostumiskykyinen ydin) polymeerisen aineen kanssa. Ydinelementti

(d') muodostetaan edullisesti ja kotelopäälyllystetään aluksi olennaisesti ei-hapettavassa ympäristössä, jotta vältetään tai minimoidaan matalan kahtaistaitteisuuden ja matalan molekyyllipainon välipinnan muodostuminen vyöhykkeiden (d') ja (a') välille.

Kahdesta komponentista muodostetun kuidun kotelo- ja ydinelementit voidaan kehrätä tavanomaisesti laitteen ja tekniikan avulla, jotka tunnetaan kahdesta komponentista muodostetun kuidun alalla (viitaten US-patentteihin 3 807 917, 4 251 200, 4 717 325 ja julkaisuun "Bicomponent Fibers", R. Jeffries, Merrow Monograph Publ. Co., '71), lukuunottamatta edullista tyyppien tai muun inertin kaasun olosuhteiden käyttöä, jotta vältetään tai minimoidaan hapen diffuusio kuumaan kehruusulatteeseen tai kuumaan ydinelementtiin, ennen kotelokomponentin levittämistä sen ympärille.

Näihin tarkoituksiin termi "tehokas määrä" käytettynä hapettumisenestoaineen/stabilointiaineen koostumusten konsentraation yhteydessä kuivassa kehruusulatteseoksessa, määritetään kuivapainoon perustuen määränä, joka kykenee estämään tai ainakin olennaisesti rajoittamaan kuumen/kuumien polymeeris(t)en komponentin/komponenttien ketjun katkaisevaa hajoamista kuidun tai säikeen kehruulämpötilassa, olettaen, että olennaisilta osin happi, happea kehittävä tai happea sisältävä ilmakehä puuttuvat. Erityisesti yhden tai useamman hapettumisenestoainekoostumuksen konsentraatio, joka on riittävä rajoittamaan tehokkaasti kuumennetun kehruusulatekoostumuksen polyolefiinikomponentin ketjun katkaisevaa hajoamista lämpötilassa, joka on noin 250 - 325 °C olennaisilta osin ilman hapettavaa ympäristöä, kuten happea, ilmaa tai muita hapen ja kaasun seoksia. Edellä mainittu määritelmä sallii kuitenkin huomattavan hapen diffuusiomäärän ja hapettavan polymeerisen hajoa-

misen, joka alkaa kehrätyn kuidun lankalinjan sulamisvyöhykkeessä tai suunnilleen sulamisvyöhykkeessä ulottuen alaspäin pisteeseen, jossa luonnollinen lämpöhäviö ja/tai käytetty jäähdytysympäristö alentaa kuidun pinnan lämpötilaa pisteeseen, jossa hapen diffuusio kehrättyyn kuituun tai säikeeseen on merkityksetöntä (polypropyleenipolymeerin tai sekapolymeerin ollessa kysymyksessä 250 °C tai vähemmän).

Yleisesti puhuen yhdistetyn hapettumisenestoaineen/stabilointiaineen kokonaiskonsentraatio on yleensä noin 0,002 - 1 % painon mukaan ja edullisesti noin 0,005 - 0,5 %, tarkan määrän riippuessa valitun/valittujen laajamolekyylipainois(t)en polymeeris(t)en komponentin/komponenttien reologista ominaisuuksista ja molekyyliminaisuuksista ja kehruusulatteen lämpötilasta; muita parametrejä edustavat lämpötila ja paine kehruuslaitteessa itsessään ja aikaisemman altistuksen määrä hapettavan aineen jäännöksille, kuten ilman jäännöksille, sulatteen ollessa kuumennetussa tilassa virratessaan ylöspäin kehruuslaitinta. Kehruslaitteen alapuolella tai alavirrassa edullista on happikaasun/typpi-kaasun virtaussuhde, joka on noin 100 - 10 : 0 - 90 tilavuuden mukaan lämpötilassa, joka on ympäröivästä lämpötilasta noin 200 °C:seen, sekä viivytetty jäähdytysvaihe, jotta varmistetaan riittävä polymeerikomponentin ketjun katkaiseva hajoaminen ja tuotetaan paremmat lämmönsitominaisuudet johtaen vastaavasta jatkuvasta kuidusta tai kuitutapulista muodostettujen kuitukankaiden parempaan lujuuteen, venymiseen ja sitkeyteen.

Käytettävän hajoavan koostumuksen määrä voi olla painon mukaan 0 %:sta konsentraatioon, joka on riittävä täydentämään kehruusulatteseokseen kohdistettua lämpöä ja painetta, jolloin saadaan kehruukelpoisen sulatteen virtausnopeuden (MFR) arvo. Olettaen, että käytetään edullisesti laajan

molekyylipainon hajonnan omaavaa polypropyleeniä sisältävää kehruusulatetta, sen määrän tulee olla 275 - 320 °C:n sulatelämpötilassa ja hapen tai happea sisältävän tai kehittävän kaasun puuttuessa niin suuri, että se kykenee tuottamaan kehruusulatteen virtausnopeuden, joka on 5 - 35.

Sopiviin hapettumisenestoaineiden/stabilointiaineiden koostumukseen sisältyy yksi tai useampi alalla tunnettu hapettumisenestokoostumus, mukaan luettuna fenyylifosfiitit, kuten Irgafos^R 168, Ultranox^R 626 (Ciba Geigy), Sandostab^R PEP-Q (Sandos Chemical Co.); N,N'-bis-piperidinyllidiamiinia sisältävät koostumukset, kuten Chimassorb^R 119 tai 944 (American Cyanamid Co.), estetyt fenolit, kuten Cyanox^R 1790 (American Cyanamid), Irganox^R 1076 tai 1425 (Ciba Geigy) ja vastaavat.

Tässä käytettynä termi "jäähdytys ja viimeistely" määritetään menetelmän vaiheena, joka on yleinen kaasujäähdytyksen, kuidun vetämisen (haluttaessa primaarisen tai sekundaarisen) ja kudonnan yhdelle tai useammalle vaiheelle (mahdollisesti mukaan luettuna yksi tai useampi rutiinivaihe, joissa toteutetaan massan kokoaminen, poimuttaminen, leikkaminen ja karstausta), mikäli halutaan.

Tyypillinen keksinnön mukaisesti saatu kehrätty kuitu tai säie voi olla jatkuva kuitu ja/tai kuitutapuli, jolloin tällaisesta kuidusta esitetään kaavamaisesti poikkileikkaus liitetyissä kuvissa, yhdestä komponentista muodostettuna tyyppinä (kuva 1) tai kahdesta komponentista muodostettuna tyyppinä (kuva 2), jolloin edellisessä sisemmällä vyöhykkeellä on suhteellisen suuri kiteisyys ja kahtaistaitteisuus polymeerisen hapettavan, ketjun katkaisevan hajoamisen ollessa merkityksetöntä tai hyvin pientä.

Kahdesta komponentista muodostetussa kuitutyypissä tai säikeessä vastaava koteloelementin sisäkerros on verrattavissa fysikaaliselta tilaltaan yhdestä komponentista muodostetun kuidun keskiosan poikkileikkausalaan, mutta kuitenkin kahdesta komponentista muodostettua ydinelementtiä ei välttämättä käsitellä tämän menetelmän mukaisesti tai se voi myös koostua samasta polymeerimateriaalista kuin kotelokomponentti, vaikka se on edullisesti yhteensopiva ja kostutettava polymeerin kanssa, joka muodostaa kotelokomponentin sisävyöhykkeen.

Edellä kuvatut kuvien 1 ja 2 vyöhykkeet edustavat tämän menetelmän vaikutusta monokomponenttisiin ja kaksikomponenttisiin kuituihin, mutta kuvatut vyöhykkeet eivät ole tavallisesti silmämääräisesti todettavissa koenäytteissä eikä voida todeta myöskään hapen diffuusion syvyyttä käsitellyssä kuidussa.

Kuten edellä on mainittu, tämä keksintö ei vaadi välttämättä tavanomaisen hajoavan polymeeriaineen lisäämistä kehrusulateseokseen, vaikka tällaista käyttöä tämä keksintö ei sulje pois tapauksissa, joissa matala kehruulämpötila ja/tai -paine on edullista, tai jos muista syistä kuumennetun polymeerisulatteen MFR-arvo (sulatteen virtausnopeuden arvo) on muuten liian suuri tehokkaan kehruun kannalta. Yleensä kuitenkin sopiva MFR (sulatteen virtausnopeus) alkuperäistä kehrutarkoitusta varten saavutetaan parhaiten valitsemalla huolellisesti laajamolekyylipainoista polyolefiinia sisältävä polymeeri tarvittavien reologisten ja morfologisten ominaisuuksien tuottamiseksi, kun toimitaan kehrusulatelämpötilassa, joka on polypropyleenin ollessa kysymyksessä noin 275 - 320 °C.

Tämän keksinnön tarkoituksia varten kahdesta komponentista koostuvan kuidun jäädyttämistä viivytetään edullisesti

lankalinjassa osittain sulkemalla jäähdytyskaasu ja sitten tuottamalla ilmaa, otsonia, happea tai muuta tavanomaista hapettavaa tekijää (kuumennettuna tai ympäröivässä lämpötilassa) edelleen alasvirtaukseen, jotta varmistetaan riittävä hapen diffuusio koteloelementtiin ja hapettava ketjun katkeaminen ainakin pintavyöhykkeessä (c') ja edullisesti sekä koteloelementin (c')- että (b')-vyöhykkeissä (viitaten kuvaan 2).

Kuitukangasmateriaalien langat sekä kudokset muodostetaan sopivasti kuiduista ja säikeistä, jotka on saatu tämän keksinnön mukaisesti keräämällä yhteen suihkuttamalla, leikkaamalla tapuleiksi, poimuttamalla ja varastoimalla kuitu tai säie tavanomaisin keinoin, kuten on esitetty esimerkiksi US-patenteissa 2 985 995, 3 364 537, 3 693 341, 4 500 384, 4 511 615, 4 259 399, 4 480 000 ja 4 592 943.

Vaikka kuvat 1 ja 2 osoittavat yleisiä kehämäisiä kuidun poikkileikkauksia, keksintö ei ole kuitenkaan siten rajoitettu. Tavanomaiset timantti-, delta- ovaali-, "Y"-, "X"- ja koiranluumuotoiset poikkileikkaukset ovat yhtäläisesti käsiteltävissä tämän keksinnön mukaisesti.

Tätä keksintöä kuvataan edelleen, mutta se ei ole rajoittunut seuraaviin esimerkkeihin.

Esimerkki 1

Kuivat sulatekehrätyt koostumukset, joita kutsutaan tuonempana nimityksillä SC-1 - SC-12, valmistetaan yksilöllisesti sekoittamalla rummussa lineaariset isotaktiset polypropyleenihiutaleet, joita kutsutaan nimillä "A" - "D" taulukossa 1 (Himont Incorporated) ja joiden Mw/Mn - arvot (moolimassan massakeskiarvo/lukukeskimääräinen moolimassa) ovat noin 5,4 - 7,8 ja moolimassan massakeskiarvo

esimerkissä 1. Kontrollien testitulokset, esitetään taulukoissa II - IV, käyttäen nimityksiä C-1 - C-9.

→
→
→
→
→
→

→
→
→
→
→
→

Taulukko I

Kehruuseoksen polymeerin identifiointi	Mw (g/mol)	Sec (*1) Mn (g/mol)	Mw/Mn	Rajaviskositeetti (dl/g)	MFR (gm/10 min)
A	229 000	42 900	5,35	1,85	13
B	359 000	46 500	7,75	2,6	5,5
C	290 000	44 000	6,59	2,3	8
D	300 000	42 000	7,14	2,3	8

(*1) Koon poissulkeva kromatografia (Size exclusion chromatography)

Mw = Moolimassan massakesiarvo

Mn = Lukukeskimääräinen moolimassa

MFR = Sulatteen virtausnopeus

Taulukko II

Sulate- näyte	Polymeeri	MWD	Kehruu- lämpötila, °C	Suljettu ala jäähdytyslaatikosta, %	Kommentit
C-1	A	5,35	298	3,74	Kontrolli
SC-1	C	6,59	305	3,74	5,5 MWD
SC-2	D	7,14	309	3,74	5,5 MWD
SC-3	B	7,75	299	3,74	5,5 MWD
C-2	A	5,35	298	3,74	Kontrolli < 5,5 MWD
C-3	A	5,35	300	3,74	Kontrolli < 5,5 MWD
C-4	A	5,35	298	3,74	Kontrolli < 5,5 MWD
SC-4	D	7,14	309	3,74	Ei stabilointiainetta 2
SC-5	D	7,14	312	3,74	---
SC-6	D	7,14	314	3,74	---
SC-7	D	7,14	309	3,74	---
SC-8	C	6,59	305	5,38	Kontrolli/täydellinen jäähdytys
SC-9	C	6,59	305	3,74	Kontrolli < 5,5 MWD
C-5	C	6,59	305	0	Kontrolli < 5,5 MWD
C-6	A	5,35	290	5,38	Kontrolli < 5,5 MWD
C-7	A	5,35	290	3,74	Kontrolli < 5,5 MWD
C-8	A	5,35	290	0	Kontrolli < 5,5 MWD
SC-10	D	7,14	312	3,74	Kontrolli/täydellinen jäähdytys
C-9	D	7,14	312	0	---
SC-11	B	7,75	278	4,03	---
SC-12	B	7,75	299	3,74	---
SC-13	B	7,75	300	3,74	---

Taulukko IV

Kankaan ominaisuudet
(Kalanterilämpötilojen vaihtelu)

Sulate- näyte	Kalanteri- lämpötila °C	Kankaan paino g/cm ²	CD- lujuus g/cm	CD- venymä %	TEA g/cm
C-1	157	27,3	60	51	17
SC-1	157	26,0	310	158	277
SC-2	157	23,0	202	156	173
SC-3	157	22,4	233	107	131
C-2	157	22,6	91	86	42
C-3	157	25,5	83	73	33
C-4	157	24,5	108	74	43
SC-4	157	21,9	89	83	40
SC-5	157	24,2	224	137	166
SC-6	157	22,8	169	107	96
SC-7	157	27,1	253	136	191
SC-8	157	23,7	196	143	154
SC-9	157	26,0	310	158	277
C-5	157	23,2	184	136	138
C-6	157	22,8	157	106	92
C-7	157	23,7	118	92	57
C-8	157	20,8	91	83	41
SC-10	157	24,2	224	137	166
C-9	157	24,4	176	125	118
SC-11	157	23,2	108	86	48
SC-12	157	22,0	233	107	131
SC-13	157	23,2	271	132	198

Taulukko IV (jatkuu)

Kankaan ominaisuudet

(Kalanterilämpötilojen vaihtelu)

Sulate- näyte	Kalanteri- lämpötila °C	Kankaan paino g/cm ²	CD- lujuus g/cm	CD- venymä %	TEA g/cm
C-1	165	24,3	187	98	98
SC-1	165	27,3	336	147	280
SC-2	165	22,7	197	133	140
SC-3	165	23,6	326	118	209
C-2	165	22,5	162	120	103
C-3	165	24,2	157	112	93
C-4	165	24,6	178	102	98
SC-4	165	23,1	157	110	94
SC-5	165	21,4	241	151	209
SC-6	165	23,8	283	142	217
SC-7	165	24,5	296	157	241
SC-8	165	24,4	224	149	184
SC-9	165	27,3	336	147	280
C-5	165	20,8	177	126	119
C-6	165	22,1	191	117	121
C-7	165	23,6	190	130	131
C-8	165	23,0	153	103	84
SC-10	165	21,4	242	151	209
C-9	165	23,2	217	154	191
SC-11	165	24,0	214	127	144
SC-12	165	23,6	326	118	208
SC-13	165	23,0	294	138	227

Patenttivaatimukset

1. Sulakehrätty polyolefiinikuitu tai -säie, **tunnettu** siitä, että mainittu kuitu tai -säie käsittää pintavyöhykkeen, joka on olennaisesti hapettavasti hajonnutta alhaisen moolimassan omaavaa polyolefiinia ja ainakin yhden sisemmän, olennaisesti hapettavasti hajoamattoman ja laajan moolimassajakauman omaavan polyolefiini vyöhykkeen, jonka moolimassajakauma on vähintään 5,5.
2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen kuitu tai säie, **tunnettu** siitä, että mainittu laajan moolimassajakauman omaava polyolefiini on polypropeenipolymeeri.
3. Patenttivaatimuksen 2 mukainen kuitu tai säie, **tunnettu** siitä, että mainitun, laajan moolimassajakauman omaavan polyolefiinin moolimassajakauma on vähintään 6,59.
4. Minkä tahansa edeltävän patenttivaatimuksen mukainen kuitu, **tunnettu** siitä, että on tapulikuitu.
5. Jonkin patenttivaatimuksista 1 - 4 mukainen kuitu tai säie, **tunnettu** siitä, että ei sisällä hajottavaa ainetta.
6. Patenttivaatimuksen 1 mukainen kuitu tai säie, joka on muodostettu vähintään yhdestä kehruusulateseoksesta, joka sisältää laajamolekyylipainoisen polyolefiinipolymeerin tai sekapolymeerin ja tehokkaan määrän ainakin yhtä hapettumisenestoaineen/stabilointiaineen koostumuksen, **tunnettu** siitä, että kuitu sisältää yhdistelmänä
 - (a) sisemmän vyöhykkeen, jolle on tunnusomaista minimaalinen hapettava polymeerinen hajoaminen, suuri kahtaistaitteisuus ja moolimassan massakeskiarvo, joka on noin 100,000 - 450,000;
 - (b) välikerroksen, joka on yleensä ulkoisesti samankeskinen mainitun sisemmän vyöhykkeen kanssa ja jolle on lisäksi tunnusomaista etenevä hapettavasti ketjua katkaiseva hajoa-

minen, molekyyli-painoalueen ollessa mainitun sisemmän vyöhykkeen vastaavaa aluetta pienempi noin 10,000 - 20,000:een; ja

(c) pintavyöhykkeen, joka on yleensä samankeskinen mainitun välivyöhykkeen kanssa ja joka määrittää kehrätyn kuidun tai säikeen ulkopinnan, jolloin mainitulle pintavyöhykkeelle on tunnusomaista pieni kahtaistaitteisuus, suuri konsentraatio hapettavasti, ketjun katkaisevasti hajonnutta polymeerimateriaalia ja moolimassan massakeskiarvo, joka on vähemmän kuin noin 10,000.

7. Patenttivaatimuksen 6 mukainen kuitu tai säie, **tunnettu** siitä, että mainittu sisempi vyöhyke on yhden komponentin sisältävän kuidun olennainen osa ja muodostettu olennaisesti yleisestä kehruusulateseoksesta.

8. Menetelmä kuidun tai säikeen valmistamiseksi, **tunnettu** siitä, että se käsittää seuraavaa:

A. järjestetään sulaa, joka käsittää laajan moolimassajakauman omaavan polyolefiinin, jonka moolimassajakauma on vähintään 5,5 ja sisältää tehollisen määrän vähintään yhtä hapettumisenestoainetta/ stabilisointiainetta;

B. sula kehrätään sellaisessa lämpötila- ja ilmakehäolosuhteissa, jotka eivät olennaisesti aiheuta hapettavaa, ketjun katkaisevaa hajoamista;

C. tulokseksi saatava pursote tai säie otetaan talteen happirikkaassa ilmakehässä, jotta saavutettaisiin happikaasun diffuusio lankalinjan hapettavan, ketjun katkaisevan hajoamisen aikaansaamiseksi; ja

D. tulokseksi saatu kuitu tai säie jäädytetään täysin ja viimeistellään, jotta saataisiin suuresti hajonnut, moolimassaltaan pieni pintakerros ja minimaalisesti hajonnut sisävyöhyke.

9. Patenttivaatimuksen 8 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että mainittu laajan moolimassajakauman omaava polyolefiini on polypropeenipolymeeri.
10. Patenttivaatimuksen 9 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että mainitun, laajan moolimassajakauman omaavan polyolefiinin moolimassajakauma on vähintään 6,59.
11. Jonkin patenttivaatimuksista 8 - 10 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että vaihe D käsittää tapulikuidun muotoon leikkaamisen.
12. Jonkin patenttivaatimuksista 8 - 11 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että vaihe D käsittää poimuttamisen.
13. Jonkin patenttivaatimuksista 8 - 12 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että käsittää kuumen pursotteen tarkistusviilentämisen happirikkaassa ilmakehässä hapettavan, ketjun katkaisevan hajoamisen aikaansaamiseksi pintaan.
14. Jonkin patenttivaatimuksista 8 - 13 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että käsittää saman kuumen pursotteen viivästetyn jäähtymisen.
15. Jonkin patenttivaatimuksista 8 - 14 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että happirikas ilmakehä käsittää ristipuhallusjäähdytyksen.
16. Patenttivaatimuksen 15 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että 5.4% ristipuhalluksesta suljetaan ja suljettu vyöhyke on avoin happirikkaalle ilmakehälle.
17. Jonkin patenttivaatimuksista 8 - 16 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että sulan kehruu vaiheessa B käsittää sulan menemisen kehrusuuttimen läpi ja vaiheissa C ja D sen, että kehrusuuttimen alla tai myötävirtaan siitä happi /typpikaasun virtaussuhde on noin 100 - 10 : 0 - 90 tila-

vuuden mukaan, ympäristön lämpötilan ollessa noin 200°C sekä viivästetyn jäähtytysvaiheen, joita käytetään ketjun katkaisevan hajoamisen aikaansaamiseksi polymeerille.

18. Jonkin patenttivaatimuksista 8 - 17 mukaisella menetelmällä valmistettava kuitu tai säie.

19. Kuitukangas tai materiaali, **tunnettu** siitä, että se on jonkin patenttivaatimuksista 1 - 5 mukaisista kuiduista tai jonkin patenttivaatimuksista 8 - 17 mukaisella menetelmällä valmistetuista kuiduista sitomalla tuotettu

20. Patenttivaatimuksen 19 mukainen kuitukangas tai -materiaali, **tunnettu** siitä, että on tuotettu lämpösitomalla kuidut ja/tai säikeet.

21. Patenttivaatimuksen 19 mukainen kuitukangas tai -materiaali, **tunnettu** siitä, että on tuotettu karstaamalla ja lämpösitomalla kuidut ja/tai säikeet.

22. Patenttivaatimuksen 8 mukainen menetelmä yhdestä tai kahdesta komponentista koostuvan kuidun valmistamiseksi polyolefiinia sisältävästä kehrusulatekoostumuksesta, **tunnettu** siitä, että se sisältää seuraavat vaiheet:

A. sekoitetaan tehokas määrä ainakin yhtä hapettumisenestoainetta/stabilointiainetta kehrusulatteeseen, joka sisältää polyolefiinipolymeerin tai kopolymeerin, polymeerin pilkkoutumisaineen läsnäollessa;

B. kehrätään tulokseksi saatu kehrusulate sellaisessa lämpötila- ja ilmakehäolosuhteissa, jotka eivät olennaisesti aiheuta hapettavaa, ketjun katkaisevaa polymeerikomponentin/polymeeri-komponenttien hajoamista kehrusulatteessa kehruvaiheen aikana;

C. otetaan talteen tulokseksi saatu kuuma pursote happirikkaassa ilmakehässä, jotta saadaan riittävä happikaasun

diffuusio kuumen säikeen lankalinjan hapettavan, ketjun katkaisevan hajoamisen aikaansaamiseksi ja

D. jäähdytetään täydellisesti ja viimeistellään tulokseksi saatu säie, jotta saadaan suuresti hajonnut pintavyöhyke, jonka molekyylipaino ja kahtaistaitteisuus ovat pienet; ja minimaalisesti hajonnut sisempi vyöhyke, jonka molekyylipaino ja kiteinen kahtaistaitteisuus ovat suuret.

23. Patenttivaatimuksen 22 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että hapettumisenestoaineen/stabilointiaineen koostumus on fenyyllifosfiitti- ja/tai N,N'-bis-piperidinyylidiamiinijohdannainen.

24. Patenttivaatimuksen 22 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että talteenottovaihe toteutetaan hapen läsnäollessa ympäröivässä lämpötilassa.

25. Kuitukangas, **tunnettu** siitä, että se on saatu sitomalla yksi tai kaksi kudosta, jotka sisältävät kuidun tai säikeen, joka on tuotettu patenttivaatimuksen 22 mukaisen menetelmän mukaisesti.

Patentkrav

1. Smältspunnen polyolefinfiber eller smältspunnet polyolefinfilament, **kännetecknad/kännetecknat** av att nämnda fiber eller filament omfattar en ytzon som är av en på ett väsentligen oxiderande sätt nedbruten polyolefin med låg molmassa och åtminstone ett inre, på ett väsentligen oxiderande sätt icke-nedbruten polyolefinzon med bred molmassafördelning vars molmassafördelning är minst 5,5.
2. Fiber eller filament enligt patentkrav 1, **kännetecknad/kännetecknat** av att nämnda polyolefin med bred molmassafördelning är en polypropenpolymer.
3. Fiber eller filament enligt patentkrav 2, **kännetecknad/kännetecknat** av att molmassafördelningen för nämnda polyolefin med bred molmassafördelning är minst 6,59.
4. Fiber enligt något av föregående patentkrav, **kännetecknad** av att är en stapelfiber.
5. Fiber eller filament enligt något de föregående patentkraven 1 - 4, **kännetecknad/kännetecknat** av att innehåller inget nedbrytande ämne.
6. Fiber eller filament enligt patentkrav 1, vilken fiber/vilket filament är framställd/framställt ur minst en spinnsmältsblandning som innehåller en polyolefinpolymer eller kopolymer med bred molekylvikt och en effektiv mängd åtminstone en antioxidationsmedels/stabiliseringsmedels-sammansättning, **kännetecknad/kännetecknat** av att fibern innehåller i kombination
 - (a) en inre zon som kännetecknas av minimal oxiderande polymerisk nedbrytning, stor dubbelbrytning och ett massamedelvärde för molmassa som är cirka 100 000 - 450 000;

(b) ett mellanskikt som generellt är utvändigt koncentriskt med nämnda inre zon och som dessutom kännetecknas av framskridande, på ett oxiderande sätt kedjebrytande nedbrytning, varvid molekylviktsområdet är mindre än nämnda inre zons motsvarande område upp till cirka 10 000 - 20 000; och

(c) en ytzon som generellt är koncentrisk med nämnda mellanzon och bildar den spunna fiberns eller det spunna filamentets yttre yta, varvid nämnda ytzon kännetecknas av liten dubbelbrytning, en stor koncentration av ett polymermaterial nedbrutet på ett oxiderande, kedjebrytande sätt och ett massamedelvärde för molmassa som är mindre än cirka 10 000.

7. Fiber eller filament enligt patentkrav 6, **kännetecknad/kännetecknat** av att nämnda inre zon är en väsentlig del av en fiber med en komponent och framställd ur en väsentligen allmän spinnsmältsblandning.

8. Förfarande för framställning av en fiber eller ett filament, **kännetecknat** av att det omfattar följande:

A. det anordnas en smälta som innehåller en polyolefin med bred molmassafördelning vars molmassafördelning är minst 5,5 och en effektiv mängd minst ett antioxidationsmedel/stabiliseringsmedel;

B. smältan spinns under temperatur- och atmosfärförhållanden som väsentligen inte förorsakar oxiderade, kedjebrytande nedbrytning;

C. det resulterande extrudatet eller filamentet tillvaratas i en syrerik atmosfär för att åstadkomma syrgasdiffusion och därigenom oxiderande, kedjebrytande nedbrytning på garnlinjen; och

D. den resulterande fibern eller det resulterande filamentet kyls fullständigt och slutbehandlas för att få ett i stor grad nedbrutet ytskikt med liten molmassa och en minimalt nedbruten inre zon.

9. Förfarande enligt patentkrav 8, **kännetecknat** av att nämnda polyolefin med bred molmassafördelning är en polypropenpolymer.

10. Förfarande enligt patentkrav 9, **kännetecknat** av att molmassafördelningen för nämnda polyolefin med bred molmassafördelning är minst 6,59.

11. Förfarande enligt något av patentkraven 8 - 10, **kännetecknat** av att steget D omfattar formskärning av stapelfibern.

12. Förfarande enligt något av patentkraven 8 - 11, **kännetecknat** av att steget D omfattar veckning.

13. Förfarande enligt något av patentkraven 8 - 12, **kännetecknat** av att omfattar kontrollkylning av det heta extrudatet i en syrerik atmosfär för att åstadkomma oxiderande, kedjebrytande nedbrytning hos ytan.

14. Förfarande enligt något av patentkraven 8 - 13, **kännetecknat** av att omfattar fördröjd kylning av samma heta extrudat.

15. Förfarande enligt något av patentkraven 8 - 14, **kännetecknat** av att den syrerika atmosfären omfattar korsblåsningsskylning.

16. Förfarande enligt patentkrav 15, **kännetecknat** av att 5,4 % av korsblåsningen avspärras och den avspärrade zonen är öppen mot den syrerika atmosfären.

17. Förfarande enligt något av patentkraven 8 - 16, **kännetecknat** av att spinningen av smältan i steget B omfattar att smältan löper genom ett spinnmunstycke och i stegen C samt D att syr/kvävegasströmningsförhållandet

nedanför spinnmunstycket eller medströms därifrån är cirka 100 - 10 : 0 - 90 enligt volym, varvid temperaturen i omgivningen är cirka 200°C, och ett fördröjt kylningssteg vilka används för att åstadkomma kedjebrytande nedbrytning hos polymeren.

18. Fiber eller filament som framställs genom förfarandet enligt något av patentkraven 8 - 17.

19. Fibertyg eller material, **kännetecknat** av att det har producerats genom sammanbindning ur fibrerna enligt något av patentkraven 1 - 5 eller filamenten enligt något av patentkraven 8 - 17.

20. Fibertyg eller -material enligt patentkrav 19, **kännetecknat** av att producerats genom att sammanbinda fibrerna och/eller filamenten med värme.

21. Fibertyg eller -material enligt patentkrav 19, **kännetecknat** av att producerats genom att karda och sammanbinda fibrerna och/eller filamenten med värme.

22. Förfarande enligt patentkrav 8 för framställning av en av en eller två komponenter bestående fiber ur en spinnsmältssammansättning som innehåller polyolefin, **kännetecknat** av att det omfattar följande steg:

A. det blandas en effektiv mängd åtminstone ett antioxidationsmedel/stabiliseringsmedel med en spinnsmälta som innehåller en polyolefinpolymer eller kopolymer, i närvaro av ett polymernedbrytande ämne;

B. den resulterande spinnsmältan spinns under temperatur- och atmosfärförhållanden som väsentligen inte förorsakar oxiderande, kedjebrytande nedbrytning av polymerkomponenten/polymerkomponenterna i spinnsmältan under spinningsteget;

C. det resulterande heta extrudatet tillvaratas i en syrerik atmosfär för att åstadkomma en tillräcklig

syrgasdiffusion och därigenom oxiderande, kedjebrytande nedbrytning på det heta filamentets garnlinje; och

D. det resulterande filamentet kyls fullständigt och slutbehandlas för att få en i stor grad nedbruten ytzon med liten molekylvikt och dubbelbrytning; samt en minimalt nedbruten inre zon med stor molekylvikt och kristallinisk dubbelbrytning.

23. Förfarande enligt patentkrav 22, **kännetecknat** av att antioxidationsmedlets/stabiliseringsmedlets sammansättning är ett fenylfosfat- och/eller N,N'-bis-piperidinyldiaminderivat.

24. Förfarande enligt patentkrav 22, **kännetecknat** av att tillvaratagningssteget genomförs i närvaro syre vid den omgivande temperaturen.

25. Fibertyg, **kännetecknat** av att det har erhållits genom att sammanbinda en eller två vävnader som innehåller en fiber eller ett filament som har producerats enligt förfarandet enligt patentkrav 22.

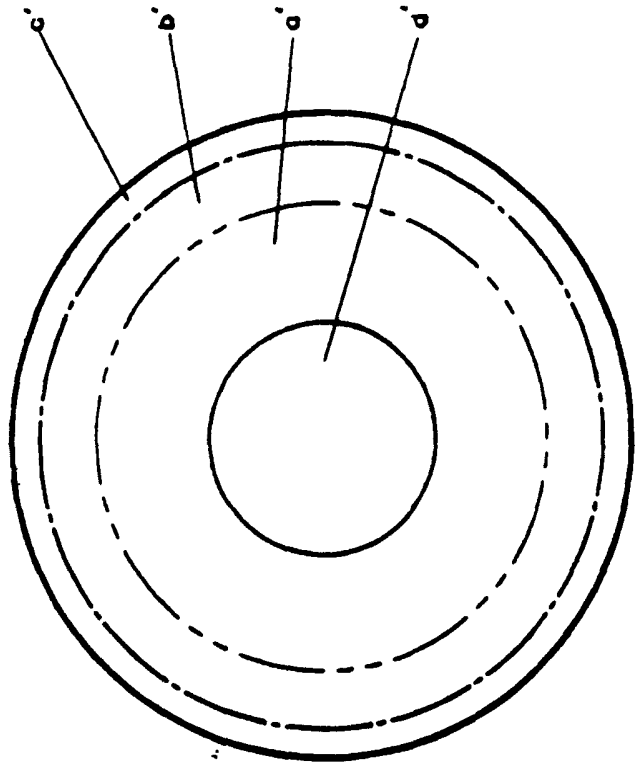


FIG. 2

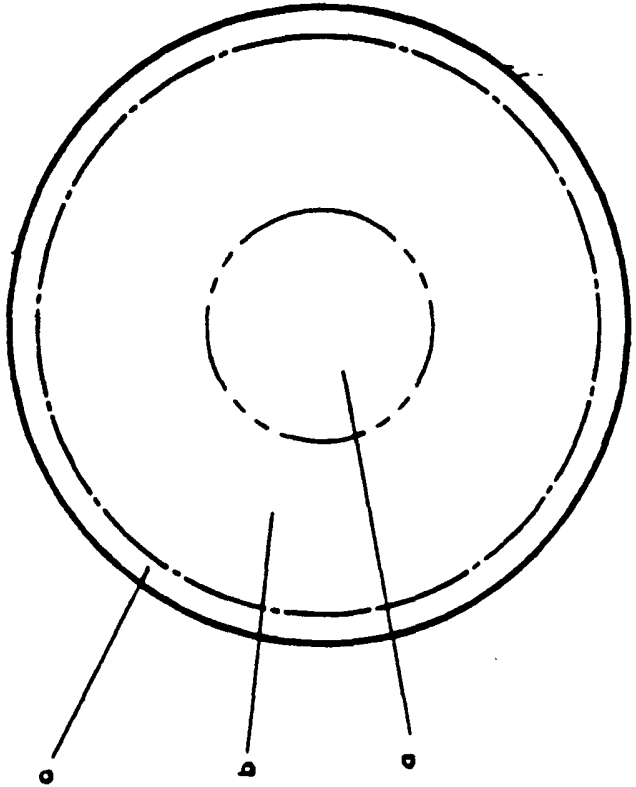


FIG. 1