



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) **EP 1 199 393 A2**

(12) **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(43) Veröffentlichungstag:
24.04.2002 Patentblatt 2002/17

(51) Int Cl.7: **D04H 1/42**

(21) Anmeldenummer: **01122589.3**

(22) Anmeldetag: **26.09.2001**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE TR**
Benannte Erstreckungsstaaten:
AL LT LV MK RO SI

(71) Anmelder: **Christian Heinrich Sandler GmbH &
Co. KG**
95126 Schwarzenbach a d Saale (DE)

(72) Erfinder:
• **Die Erfinder haben auf ihre Nennung verzichtet**

(30) Priorität: **11.10.2000 DE 10050510**

(54) **Verfahren zur Herstellung von Mikrofaservliesstoffen mit verbesserten
flüssigkeitsabweisenden Eigenschaften**

(57) Die Erfindung betrifft die Herstellung von flüssigkeitsabweisenden Mikrofaservliesstoffen unter Zusatz einer hydrophobierenden, oberflächenaktiven Substanz, kurz OAS, mittels des Schmelzblasverfahrens.

Bei erfindungsgemäß hergestellten Mikrofaservliesstoffen, liegen die OAS zwangsläufig an der Ober-

fläche, da der mittlere Faserdurchmesser der Fasermatrix (1) dem mittleren Durchmesser der als Füllstoffpartikel (2) einbrachten OAS angepasst ist; Der mittlere Faserdurchmesser der Fasermatrix (1) ist geringer, als der mittlere Durchmesser der Füllstoffpartikel (2).

EP 1 199 393 A2

BeschreibungStand der Technik

- 5 **[0001]** Die Herstellung von Mikrofaservliesstoffen gemäß dem Schmelzblasverfahren, beispielsweise beschrieben in DE 23 08 242, aus polyolefinen Polymeren führt zu Mikrofaser-Vliesstoffen mit einer sich zwangsweise ergebenden Hydrophobie. Diese ist bedingt durch die hydrophoben Eigenschaften der eingesetzten Polymere, wie beispielsweise Polyethylen oder Polypropylen.
- 10 **[0002]** Diese Hydrophobie ist für bestimmte Einsatzzwecke, wie beispielsweise bei Hygienevliesstoffen für Backsheetvliese und Topsheet-Anwendungen für Slipeinlagen oder im technischen Anwendungsbereich für Dachbahnen und Filter bei welchen flüssigkeitsabweisende Eigenschaften gefordert sind, nicht ausreichend.
- [0003]** Sie muss daher durch entsprechende Behandlungsverfahren auf ein Maß gesteigert werden, dass die so hergestellten Produkte für die späteren Einsatzzwecke geeignet sind.
- [0004]** Dafür sind verschiedene Verfahren bekannt:
- 15 **[0005]** Nach Herstellung des Mikrofaservliesstoffes kann beispielsweise mit dem Kühlaggregat Wasser mit einer darin enthaltenen oberflächenaktiven Substanz (OAS) auf den Vliesstoff aufgesprüht werden. Dies wird beispielsweise beschrieben in E.Vargas, Hrsg, "Meltblown Technology Today", Miller Freeman Publications, 1989, Seite 9, 2. Absatz
- [0006]** Diese Methode bringt befriedigende Effekte, und kann die meisten OAS, auch solche mit geringen Temperaturbeständigkeiten, verwenden, hat aber den entscheidenden Nachteil, dass die OAS nur oberflächlich aufliegt und somit nicht beständig gegen Auswaschprozesse ist. Bei hohen Produktionsgeschwindigkeiten führt dieses Verfahren zu ungleichmäßigem Auftrag der OAS. Auch ist ein Absmieren der OAS bei weiterführenden Verarbeitungsprozessen an Umlenkwalzen gegeben. Es muss daher mehr OAS als zum Erreichen der flüssigkeitsabweisenden Eigenschaften notwendig wäre, eingesetzt werden.
- 20 **[0007]** Durch die Entwicklung temperaturbeständiger OAS aus der Reihe der Fluorcarbone ist es möglich, diese Substanzen dem Polymergranulat bereits vor dem Verspinnen als Masterbatch zuzusetzen, sodaß diese während des Aufschmelzens im Extruder homogen in der Polymerschmelze verteilt werden. Die Passage von Extruder und Spinn-
düse überstehen diese OAS ohne wesentliche Beeinträchtigungen der Eigenschaften durch die dort herrschenden Temperaturen. Mögliche Verfahrenswege hierfür sind in WO 97/43470 A1 oder DE 199 03 663 A1 beschrieben.
- 25 **[0008]** Nachteilig bei diesen Verfahren ist, dass, bedingt durch das Einbringen der OAS in das Polymer, ein Teil der OAS nicht aktiv an der Oberfläche zur Verfügung steht, weil sie in der abgekühlten Polymerschmelze maskiert sind.
- 30 **[0009]** Eine Möglichkeit, die OAS an der Außenfläche der durch das Schmelzblas-Verfahren entstehenden Fasern anzureichern, ist in DE 198 19 682 A1 beschrieben. Hier werden sogenannte Mikropulver auf Basis von Tetrafluorethylenhomopolymeren eingesetzt, welche die Bestrebung haben, sich an Grenzflächen abzusetzen. Aber auch hier ist ein Teil der OAS, in Abhängigkeit von Abkühlgeschwindigkeit nach dem Ausspinnen, innerhalb der Polymermatrix maskiert und somit inaktiv. Vergleiche hierzu Figur 1.
- 35

Aufgabe

- 40 **[0010]** Aufgabe ist es daher, ein Verfahren für die Herstellung von Mikrofaser-Vliesstoffen bereitzustellen, welches die eingesetzten OAS, trotz des Zusatzes als Masterbatch, zwangsweise an die Oberfläche der Mikrofasern bringt ohne daß es zu maskierten Anteilen der OAS kommt.
- [0011]** Die Aufgabe ist gemäß den Merkmalen des Anspruches 1 gelöst. Ausgestaltungen sind in den Ansprüchen 2 bis 7 genannt.
- 45 **[0012]** Bei Mikrofaservliesstoffen, welche nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellt werden, wird der mittlere Faserdurchmesser der Fasermatrix (1) dem mittleren Durchmesser der als Füllstoffpartikel (2) einbrachten OAS derartig angepasst, dass der mittlere Faserdurchmesser geringer ist, als der mittlere Durchmesser der Füllstoffpartikel (2).
- [0013]** Bevorzugt werden bei dem erfindungsgemäßen Verfahren Werte für den mittleren Faserdurchmesser vom 0,8 - 0,9-fachen des mittleren Durchmessers der Füllstoffpartikel. Sinnvoll sind mittlere Durchmesser der Fasermatrix (1) vom einschließlich des 0,5 bis einschließlich des 1,0-fachen des Durchmessers der Füllstoffpartikel (2).
- 50 **[0014]** Ein mittlerer Faserdurchmesser von kleiner als dem 0,5-fachen des Durchmessers der Füllstoffpartikel (2) führt zum Abreißen der Fasermatrix (1) von den Füllstoffpartikeln (2), sodaß der erhaltene Mikrofaservliesstoff mechanisch instabil wird und für die vorgesehenen Einsatzzwecke als Topsheet oder Dachbahnabdeckung nicht mehr geeignet ist.
- 55 **[0015]** Faserdurchmesser der Fasermatrix (1) von größer dem 1,0-fachen des Durchmessers der Füllstoffpartikel (2) sind vom Stand der Technik abgedeckt.
- [0016]** Die erfindungsgemäßen Verhältnisse vom Durchmesser der Fasermatrix (1) zum Durchmesser der Füllstoffpartikel (2) werden durch die folgenden Parameter bestimmt:

- ♦ Durchmesser des Füllstoffpartikel (2)
- ♦ Streuung der Durchmesser der Füllstoffpartikel (2)
- ♦ Melt Flow Index des eingesetzten Polymers der Fasermatrix (1)
- ♦ Temperatur im Extruder und der Spinnöse
- 5 ♦ Luftvolumenstrom an der Spinnöse
- ♦ Abstand (5) der Mittelachse der Düse (3) zum Kühlaggregat (4)

[0017] Zum Einstellen des erfindungsgemäßen Verfahrens haben sich Füllstoffpartikel (2) mit nahezu monodisperser Korngrößenverteilung als vorteilhaft bewährt.

10 **[0018]** Die Korngrößenverteilung lässt sich anhand der Streuung der Korngrößendurchmesser beurteilen. Dabei werden Verteilungen der Korngrößen mit einer Standardabweichung von kleiner 3% vom gefundenen Mittelwert als monodispers verteilt eingestuft. Diese sind daher für diesen Prozess geeignet.

[0019] Dadurch ist es möglich, Streuungen des Faserdurchmessers weitestgehend zu kompensieren, um die Gefahr der mechanischen Instabilität, besonders bei der Ermittlung des Hydroheads, zu minimieren.

15 **[0020]** Ebenfalls hat es sich als günstig gezeigt, einen Durchmesser der Füllstoffpartikel (2) von 1 µm nicht zu unterschreiten, da es dann zur mechanischen Instabilität des Vliesstoffes aufgrund zu geringer Faserdurchmesser kommt.

[0021] Als Füllstoffpartikel (2) kommen hydrophobe Materialien aus der Reihe der Polytetrafluorethylene, der Polysiloxane oder der Silane zum Einsatz. Ist es nicht möglich diese Wirksubstanzen in monodisperser Form zu erhalten, so können diese auch auf Trägersubstanzen wie keramischen Basismaterialien oder auf Kieselsäure aufgebracht sein.

20 **[0022]** Der Einfluss des Melt Flow Index des zugrundeliegenden Polymers ist ebenfalls von hoher Bedeutung für den Prozess. Je geringer hier die chargeninternen Schwankungen sind, desto gleichmäßiger ist, bei Einhaltung der nachstehend beschriebenen Verfahrensparameter Temperatur und Luftvolumen, der erhaltene mittlere Faserdurchmesser der Fasermatrix (1).

25 **[0023]** Für das Erreichen einer erfindungsgemäßen Struktur wie in Figur 2 dargestellt, ist die Temperatur des Extruders und der Düsen Spitze in Zusammenhang mit den Luftvolumenströmen der beim Schmelz-Blas Prozess seitlich einströmenden Luft und dem Abstand (5) der Düse (3) vom Kühlaggregat (4) wesentlich.

[0024] Ausgehend vom Stand der Technik, vergleiche Beispiel 3, wird die Temperatur des Extruders / der Düse (3) erhöht, um die Viskosität der Polymerschmelze zu verringern. Durch gleichzeitige Erhöhung des Luftvolumenstromes wird die Verstreckung des aus der Düse (3) austretenden Faserstroms derart intensiviert, dass sich Faserdurchmesser einstellen welche nahezu denen der Füllstoffpartikel entsprechen. Bedingt durch die stark hydrophobe Natur der eingesetzten Füllstoffpartikel (2) bricht nun der die Füllstoffpartikel (2) umschließende, noch flüssige Polymerfilm der Fasermatrix (1) auf und zieht sich teilweise von der Oberfläche der Füllstoffpartikel (2) zurück.

30 **[0025]** Wie in Figur 3 aufgezeigt, sprüht das der Düse (3) nachfolgende Kühlaggregat (4) beispielsweise Wasser als Kühlmittel auf, was zum raschen Erkalten der Fasermatrix (1) führt. Dabei bleibt diese aber noch an einem Teil der Oberfläche der Füllstoffpartikel (2) kleben, lässt aber einen Großteil dieser Oberfläche, wie in Figur 2 gezeigt, jedoch frei.

[0026] Der Abstand (5) des Kühlaggregats (4) von der Mittelachse der Düse (3) ist dabei so zu wählen, dass das Erkalten in dem Moment des vorstehend beschriebenen Aufbrechens des Polymerfilms einsetzt.

40 **[0027]** Einstellwerte für den Abstand (5) sind von der gegebenen baulichen Maschinenkonfiguration und von den vorstehend beschriebenen Parametern abhängig, sodaß sich dieser nur empirisch ermitteln lässt.

[0028] Ein nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellter Vliesstoff zeigt bei mikroskopischer Betrachtung eine perlenschnurartige Struktur (Figur 2) gezeigt, beobachtet wurden aber auch Strukturen, welche an Linearkugellager erinnern.

45 **[0029]** Die Eignung für den gedachten Einsatzzweck wird nach den Ergebnissen von anwendungsspezifischen Tests beurteilt. Nachstehend wird stellvertretend für andere Anwendungen der Bereich Damenhygiene betrachtet.

[0030] Die flüssigkeitsabweisende Wirkung wird mittels des Hydrohead-Tests messbar gemacht. Dieser Test wird nach der Beschreibung in Federal Test Standard No. 191 A, Method 5514 ausgeführt, wobei das Vliesstoff-Muster als untere Abdichtung eines Kunststoffrohres mit einem Durchmesser von 76 mm dient. In das Kunststoffrohr wird dann destilliertes Wasser eingefüllt, bis das Wasser durch den zu testenden Vliesstoff dringt. Je höher dabei die Wassermenge bis zum Durchdringen, gemessen in mm, ist, um so hydrophober ist das untersuchte Muster.

50 **[0031]** Eine weitere Methode zur Beschreibung der flüssigkeitsabweisenden Eigenschaften, welche im Bereich der Hygienevliesstoffe, insbesondere bei Topsheet-Anwendungen in der Damenhygiene, zur Anwendung kommt, wird als Spreading bezeichnet.

55 **[0032]** Das Spreading wird dabei durch einen Test ermittelt, welcher als Aufbau eine flüssigkeitsundurchlässige Unterlage, in der Mitte einen Saugkörper und als obere Lage das Topsheet vorsieht. Auf diesen Testaufbau werden nun 5 ml Blutersatzflüssigkeit innerhalb von 20 Sekunden gegeben und das flächige Ausbreiten dieser auf dem Topsheet in mm beurteilt. Große flächige Ausbreitung ist dabei mit geringen flüssigkeitsabweisenden Eigenschaften gleichzusetzen, je kleiner die flächige Ausbreitung ist, umso größer ist die Flüssigkeitsabweisung.

[0033] Nach dem Stand der Technik hergestellte Mikrofaservliesstoffe ohne Zusätze, vergleiche Beispiel 1 von Tabelle 1, erreichen, bei einem gemäß EDANA ERT 40.3-90 ermittelten Flächengewicht von 15 g/qm, ein Hydrohead-Ergebnis von 320 mm und Spreading-Werte von 45 mm.

[0034] Bei Mikrofaservliesstoffen in einem vergleichbaren Flächengewicht, aber mit einem Zusatz von OAS im Kühlwasser wie in Beispiel 2 von Tabelle 1 beschrieben, werden Hydrohead-Ergebnisse von 410 mm und ein Spreading von 37 mm erzielt.

[0035] Wiederholt man die Prüfung, bemerkt man, aufgrund der Eingangs beschriebenen Problematik des Auswaschens/Abreibens der OAS ein drastisches Absinken der flüssigkeitsabweisenden Eigenschaften, sodass sich bei erneuter Prüfung Werte in Höhe der Ergebnisse nicht ausgerüsteter Mikrofaservliesstoffe ergeben.

[0036] Mikrofaservliesstoffe mit einem Zusatz von OAS innerhalb der Schmelze, wie in Beispiel 3 von Tabelle 1, zeigen dieses Absinken bei mehrmaliger Benetzung zwar nicht, benötigen aber, aufgrund der aus Figur 1 erkennbaren Maskierung der OAS, höhere Einsatzmengen.

[0037] Mikrofaservliesstoffe wie Beispiel 4 aus Tabelle 1, welche nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellt werden, zeigen diesen Maskierungseffekt nicht.

[0038] Für die Eigenschaften dieser Mikrofaservliesstoffe bedeutet dies, dass selbst mit geringen Einsatzmengen an OAS im Vergleich zum Stand der Technik, ein Vliesstoff mit höheren flüssigkeitsabweisenden Eigenschaften erzeugt wird. Bei Betrachtung der Tabelle 1 zeigt sich für das Beispiel 4 ein um 35% höherer Hydrohead und ein Spreading, welches 40% unter dem des Standes Technik liegt, wobei die Einsatzmenge an aktiver Wirksubstanz nur 60% der des Beispiels 3 war.

[0039] Verfahrenseinstellungen und Ergebnisse erfindungsgemäß hergestellter Mikrofaservliesstoffe im Vergleich zum Stand der Technik können der Tabelle 1 entnommen werden.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Erhöhung der hydrophoben Eigenschaften von Mikrofasern eines Mikrofasern enthaltenden Vliesstoffes, wobei der mittlere Durchmesser der Mikrofasern 1- 10 µm beträgt und die Mikrofasern aus einem Polymeren aus der Gruppe der Polyolefine, oder der Polyester, oder der Polyamide besteht und die hydrophoben Eigenschaften durch mindestens einen, in das Faserpolymere der Mikrofasern fest eingelagerten partikelförmigen, in einer Menge von 0,5 bis 10 Gewichts-% bezogen auf das Gewicht der Mikrofasern vorliegenden festen Füllstoff enthält,

dadurch gekennzeichnet,

daß Mikrofasern erzeugt werden deren mittlerer Durchmesser höchstens das 1,0-fache des mittleren Durchmessers der Füllstoffpartikel beträgt.

2. Verfahren nach Anspruch 1,

dadurch gekennzeichnet,

daß Mikrofasern erzeugt werden deren mittlerer Durchmesser wenigstens das 0,5 -fache des mittleren Durchmessers der Füllstoffpartikel beträgt.

3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2

dadurch gekennzeichnet,

daß der Füllstoff unvollständig vom Polymeren der Mikrofasern eingeschlossen ist.

4. Verfahren nach Anspruch 1 bis 2

dadurch gekennzeichnet

daß das Füllstoffpartikel durchgehend aus einer hydrophoben Substanz wie Polytertrafluorethylen besteht.

5. Verfahren nach Anspruch 1 bis 2

dadurch gekennzeichnet

daß die Füllstoffpartikel lediglich oberflächlich mit einer hydrophoben Substanz wie Polytetrafluorethylen, Polysiloxanen oder Silanen versehen sind.

6. Verfahren nach Anspruch 1 bis 2

dadurch gekennzeichnet

daß die Füllstoffpartikel ganz oder lediglich im Kern aus einer anorganischen Substanz wie beispielsweise Keramik oder Kieselsäure bestehen.

7. Verfahren nach Anspruch 1 bis 2

dadurch gekennzeichnet

daß die Füllstoffpartikel aus einer duroplastischen organischen Substanz wie beispielsweise Phenolharz oder Harnstoff-Formaldehydharz bestehen.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

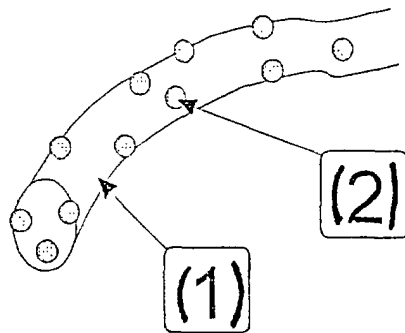
50

55

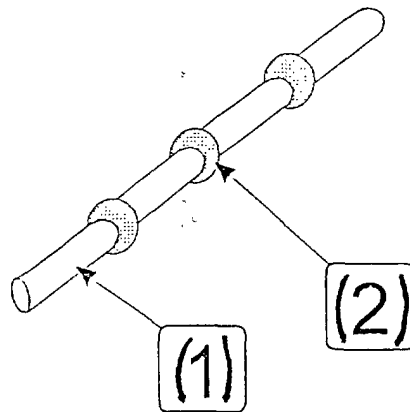
Tabelle 1

Parameter	Beispiel 1	Beispiel 2	Beispiel 3	Beispiel 4
Ausführung	Schmelzgeblasenes Vlies ohne Zusätze	Schmelzgeblasenes Vlies mit oberflächlicher OAS-Auflage (Stand der Technik)	Schmelzgeblasenes Vlies mit in der Fasermatrix eingeschlossener OAS (Stand der Technik)	Schmelzgeblasenes Vlies hergestellt nach dem erfindungsgemäßen Verfahren
Hydrohead (mm)	321	410	434	585
Spreading (mm)	45	37	36	21
Hydrohead (mm) nach Auswaschen	318	325	427	574
Spreading (mm) nach Auswaschen	47	43	38	22
Flächengewicht (g/m ²)	15,2	15,1	15,0	15,3
Mittlerer Faserdurchmesser (µm)	10,9	10,1	10,4	7,9
Granulat	Polypropylen Montell HH442H MFI 800			
Zusammensetzung der Schmelze mit dem flüssigkeitsabweisenden Zusatz	100% PP-Granulat	100% PP-Granulat Kühlwasser versetzt mit 20% OAS sandozor HV (flüssig)	80 Gew% PP-Granulat 20 Gew% Masterbatch 39 Gew% HH442H 1 Gew% Stabilisator und Emulgator 60 Gew% OAS PTFE-Harz Protector FX 1801 Von 3M flüssig	90 Gew% PP-Granulat 10 Gew% Masterbatch bestehend aus 59 Gew% HH442H 1 Gew% Stabilisator und Emulgator 40 Gew% OAS Füllstoffpartikel PTFE Kugeln Dyneon TF 9205 Durchmesser 10 µm mit einer Streuung von 0,2 µm (1s)
Abstand (5) Düsenachse/ Kühlaggregat (mm)	250	250	250	150
Extrudertemperatur (°C)	250	250	250	259
Düsentemperatur (°C)	280	280	280	292
Volumenstrom Primärluft (m ³ /h)	1500	1500	1500	1750
Kühlwasserdruck (bar)	30	30	30	30

Figur 1



Figur 2



Figur 3

