

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 493 890**

51 Int. Cl.:

**D04H 3/16** (2006.01)

**D04H 3/00** (2012.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.03.2010 E 10756089 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.06.2014 EP 2412857**

54 Título: **Método de producción para tela no tejida de filamentos**

30 Prioridad:

**25.03.2009 JP 2009073481**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**12.09.2014**

73 Titular/es:

**TORAY INDUSTRIES, INC. (100.0%)  
1-1, Nihonbashi-Muromachi 2-chome Chuo-ku  
Tokyo, 103-8666, JP**

72 Inventor/es:

**NAKANO, YOHEI;  
YAKAKE, YOSHIKAZU y  
HANE, RYOICHI**

74 Agente/Representante:

**ARIAS SANZ, Juan**

**ES 2 493 890 T3**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Método de producción para tela no tejida de filamentos

5 **Campo técnico**

La presente invención se refiere a un método para producir una tela no tejida hecha de filamentos que contiene sulfuro de polifenileno como un componente principal. Más específicamente, la presente invención se refiere a un método para producir una tela no tejida hecha de filamentos que contiene sulfuro de polifenileno como un  
10 componente principal, que no produce encogimiento a lo ancho irregular, arrugas o irregularidad de superficie debido a la contracción por calor durante la unión por termocompresión de una red no tejida, mediante un paso simple.

**Antecedentes técnicos**

15 Una resina de sulfuro de polifenileno (de aquí en adelante, algunas veces abreviado a PPS) es superior en características tales como resistencia al calor, resistencia química, retardo de llama y una propiedad de aislamiento eléctrico, y se usa adecuadamente como plásticos de ingeniería, películas, fibras y telas no tejidas. Particularmente, se espera que la tela no tejida hecha de fibras de PPS se use para aplicaciones industriales tal como filtros resistentes al calor, materiales aislantes eléctricos y separadores para una célula usando estas características.

20 Como un método para producir una tela no tejida hecha de fibras de PPS, se propone una tela no tejida de fibras cortas hecha de fibras básicas (referencia al documento de patente 1). Sin embargo, para obtener una tela no tejida, es necesario que una resina de PPS se funda e hile en hebras, y que las hebras se unan en una forma de estopa, se estire en húmedo en un paso diferente, se trate con calor bajo tensión, se proporcionen pliegues, se corte en una  
25 fibra, y se procese adicionalmente por un aparato mecánico de enmarañar-unir tal como una máquina de cartas o un punzón de aguja en otro paso. Por tanto, este método requiere muchos pasos.

Se propone un método de producción sencillo mediante el denominado método de unión por hilatura, en el que una resina de PPS se hila y estira mediante un eyector, y se forma directamente una tela no tejida de filamentos, como  
30 una contramedida para estos problemas. Específicamente, se propone una tela no tejida de filamentos, que se obtiene mediante hilado de de una resina de PPS por un método de unión por hilatura para formar una tela, estiramiento de la tela a un punto de transición vítrea o mayor, preferiblemente estiramiento biaxial de la tela estirada, y realce de la tela resultante (referencia al documento de patente 2). Además, se propone un método para producir una tela no tejida de filamentos en el que la tela obtenida por hilado de una resina de PPS por un método  
35 de unión por hilatura se une temporalmente a una primera temperatura de cristalización o menor, y después se trata con calor a la primera temperatura de cristalización o mayor con tensión, y se une permanentemente (referencia al documento de patente 3). El tratamiento con calor bajo tensión en el documento de patente 3 se dirige a fomentar la cristalización de una resina de PPS, que apenas se alcanza solo mediante los pasos de hilado y estiramiento, para llevar a cabo bajo encogimiento y estabilidad dimensional. El documento muestra que si el tratamiento con calor bajo  
40 tensión no se realiza antes de la unión o si el tratamiento con calor bajo tensión es insuficiente, surge un problema de encogimiento a lo ancho irregular debido a la contracción por calor en este paso de unión.

Es decir, para obtener una tela no tejida formada por realce de una red no tejida hecha de una resina de PPS hasta  
45 ahora obtenida por un método de unión por hilatura y unión térmica de la red unida por hilatura resultante, el tratamiento de estiramiento con calor o tratamiento con calor bajo tensión se requiere como un paso precedente de la unión térmica de una red o tela no tejida. Este método tiene las desventajas que se requieren instalaciones para estirar una red o tela no tejida con calor o tratamiento con calor de una red o tela no tejida bajo tensión, lo que produce un paso complicado con múltiples fases, y que el consumo de energía es grande, lo que produce aumento de costes, comparado con un método de producción para preparar una tela no tejida unida por hilatura usando una  
50 resina de fines generales tal como poliéster o polipropileno, y no es necesariamente un método preferible.

Además, también hay una propuesta que se elimina la necesidad para las instalaciones para el tratamiento por calor mejorando la estabilidad dimensional en el paso de hilado de una resina de PPS. Por ejemplo, hay un método en el  
55 que la estabilidad dimensional contra el calor se mejora por copolimerización de la resina de PPS con triclorobenceno, e hilado y estiramiento del copolímero resultante como un medio de mejora basado en materias primas (referencia al documento de patente 4). Sin embargo, cuando la resina de PPS se copolimeriza con triclorobenceno, hay un problema de que la fibrosidad se deteriora y con frecuencia se produce la rotura de las hebras durante el hilado, y este método carece de estabilidad de producción.

60 Además, como un medio de mejora en el paso de hilado, se propone un método para producir una tela no tejida resistente al calor, en la que se mejora el grado de cristalización de la fibra hilando una resina de PPS a una velocidad de hilado extremadamente alta para suprimir la contracción por calor (referencia al documento de patente 5). Sin embargo, en este método, puesto que se emplea una velocidad de hilado extremadamente alta (de 7.000 a 11.000 m/min en los ejemplos del documento de patente 5), y debido a que la cantidad de deformación de la fibra  
65 aumenta, la fibra no puede seguir la deformación de la misma y con frecuencia tiende a producirse la rotura de las

hebras, y puesto que se requiere mucho aire comprimido, hay un problema de que el consumo de energía es grande.

5 Como se ha descrito anteriormente, la situación actual es que no se ha propuesto un método para producir establemente, mediante un simple paso, una tela no tejida de filamentos usando una resina de PPS, que no produzca encogimiento a lo ancho irregular, arrugas, o irregularidad de superficie debido a la contracción por calor.

#### Documentos del estado de la técnica

#### 10 Documentos de patente

Documento de patente 1: Patente japonesa No. 2764911.

15 Documento de patente 2: Publicación de patente japonesa no examinada No. 2005-154919.

Documento de patente 3: Publicación de patente japonesa no examinada No. 2008-223209.

Documento de patente 4: Patente japonesa No. 2890470.

20 Documento de patente 5: Publicación internacional WO 2008/035775.

#### Divulgación de la invención

#### 25 Problemas que se van a resolver por la invención

Por tanto, en vista de los problemas mencionados anteriormente del estado de la técnica, es un objeto de la presente invención proponer un método de producción que pueda obtener una tela no tejida de filamentos que contiene PSS como un componente principal, en la que no se produce el encogimiento a lo ancho irregular, arrugas o irregularidad de superficie debido a la contracción por calor durante la unión por termocompresión de una red no tejida, mediante un paso simplificado en que no se realiza tratamiento de estiramiento con calor y/o tratamiento con calor bajo tensión en una red o tela no tejida.

#### Soluciones a los problemas

35 Los presentes inventores hicieron investigaciones serias para resolver tales problemas y consecuentemente adoptaron los siguientes medios para lograr la presente invención.

Es decir, el método para producir una tela no tejida de filamentos de la presente invención es un método para producir una tela no tejida de filamentos, que incluye los pasos de a) obtener filamentos que tienen una temperatura de cristalización que no supera 112°C mediante fusión de una resina que contiene sulfuro de polifenileno como un componente principal que no está sustancialmente copolimerizado con triclorobenceno, y sacar y estirar hebras de fibras formadas por descarga de la resina fundida de las boquillas de hilado a una velocidad de hilado de al menos 5.000 m/min y menos de 6.000 m/min por un eyector, que está dispuesto de modo que la distancia entre la cara inferior de las boquillas de hilado y la salida de emisión de aire comprimido del eyector es de 450 a 650 mm; b) recoger los filamentos obtenidos en una malla en movimiento para formar una red no tejida; y c) unir por termocompresión la red no tejida obtenida usando un rodillo calentador.

Según un aspecto preferido del método para producir una tela no tejida de filamentos de la presente invención, el paso de (d) unir por presión temporalmente la red no tejida mediante un cilindro de calandria a una temperatura menor de la temperatura de cristalización del filamento se realiza entre los pasos (b) y (c).

#### Ventajas de la invención

Según la presente invención, puesto que no es necesario realizar tratamiento de estiramiento con calentamiento y/o tratamiento con calor bajo tensión, que se han llevado a cabo para cristalizar PPS, en una tela o red no tejida, y se hace posible unir por termocompresión una red no tejida obtenida por un método de unión por hilatura mediante un cilindro calentador, se vuelve posible simplificar el paso y preparar una tela no tejida de filamentos que es baja en coste, y superior en estabilidad dimensional, resistencia al calor y resistencia química.

#### 60 Breve descripción de las figuras

La figura 1 es un gráfico que muestra una relación entre la temperatura de cristalización y el encogimiento por ebullición de una fibra de PPS. Los datos se basan en los ejemplos y ejemplos comparativos, y los números rodeados en el gráfico corresponden al número correspondiente mostrado en la tabla 1.

65

La figura 2 es un dibujo que muestra un ejemplo de una vista en corte de la sección de hilado, y muestra una relación posicional entre la longitud del hilado y Dn, que se describirá posteriormente.

### Descripción de los signos de referencia

- 5  
1: boquilla de hilado  
2: hebra  
3: eyector  
4: aire comprimido  
10 5: salida de emisión de aire comprimido  
6: longitud de hilado  
7: Dn

### Formas de realización de la invención

15 De aquí en adelante, se describirá en detalle el método para producir una tela no tejida de filamentos de la presente invención.

20 El método para producir una tela no tejida de filamentos de la presente invención usa un método de producción por un método de unión por hilatura en el que una resina que contiene PPS como un componente principal se funde, se forman hebras de fibras formadas descargando la resina fundida de las boquillas de hilado y se sacan y estiran por un eyector dispuesto inmediatamente debajo de la boquilla de hilado para obtener filamentos, y los filamentos se recogen en una malla en movimiento para formar una red no tejida, y después la red no tejida obtenida se une por termocompresión usando un cilindro calentador.

25 La resina para formar una tela no tejida de filamentos de la presente invención contiene PPS como un componente principal. PPS tiene unidades de sulfuro de fenileno tal como una unidad de sulfuro de p-fenileno y una unidad de sulfuro de m-fenileno como unidades de repetición. Sobre todo, PPS que contiene la unidad de sulfuro de p-fenileno en una cantidad del 90% en moles o más tiene una cadena molecular sustancialmente lineal, y se usa preferiblemente desde el punto de vista de resistencia al calor y fibrosidad del mismo.

30 Se prefiere que el PPS no esté sustancialmente copolimerizado con triclorobenceno. La razón para esto es que el triclorobenceno tiene tres sustituyentes halógeno por una molécula y proporciona una estructura ramificada a una cadena molecular de PPS, y por tanto si el PPS se polimeriza con triclorobenceno, la fibrosidad se deteriora y se produce con frecuencia la rotura de hebras durante el hilado y estiramiento, lo que hace difícil alcanzar una producción estable. El grado, al que el PPS no está sustancialmente copolimerizado, es preferiblemente el 0,05% en moles o menos, y más preferiblemente menos del 0,01% en moles.

35 El contenido de PPS en la resina que contiene PPS como un componente principal (de aquí en adelante, también denominada como una "resina de PPS") usada en al presente invención es preferiblemente el 85% en masa o más, más preferiblemente el 90% en masa o más, y además preferiblemente el 95% en masa o más desde el punto de vista de resistencia al calor y resistencia química.

40 Además, se pueden añadir a la resina de PPS un agente núcleo de cristal, un agente nivelador, un pigmento, un fungicida, un agente antibacteriano, un retardador de llama, y un agente de hidrofiliación al nivel de que el efecto de la presente invención no se deteriore.

45 Además, en la resina de PPS usada en la presente invención, un índice de fluidez (de aquí en adelante, algunas veces abreviado a un MFR) medido según ASTM D1238-70 (temperatura de medida 315,5°C, carga de medida 5 kg, unidad g/10 min) es preferiblemente de 100 a 300 g/10 min. Un MFR alto significa que la fluidez de la resina es alta, y por tanto una resina de PPS con un grado de polimerización alto que tiene un MFR bajo es preferible para obtener potencia o resistencia al calor de una fibra. Sin embargo, al tener un MFR de 100 g/10 min o más, más preferiblemente 140 g/10 min o más, es posible suprimir un aumento en la contrapresión de una boquilla de hilado, y una reducción en la fibrosidad, es decir, rotura de hebras. Por otra parte, al tener un MFR de 300 g/10 min o menos, más preferiblemente de 225 g/10 min o menos, se puede mantener un cierto grado de potencia o resistencia al calor de una fibra.

50 Como forma de una boquilla de hilado o un eyector, se conocen varias formas tal como una forma redonda y una forma rectangular, y se usa preferiblemente una combinación de una boquilla rectangular, desde el punto de vista de que apenas se produce unión por fusión o abrasión entre hebras, y un eyector rectangular, desde el punto de vista de que el uso de aire de una corriente de chorro a alta presión requerida para alcanzar el hilado de alta velocidad es relativamente pequeña.

55 Una cantidad de descarga de un agujero, que se descarga desde la boquilla de hilado para alcanzar el intervalo de finura anteriormente mencionado, es preferiblemente de 0,25 a 5,90 g/min, más preferiblemente de 0,50 a 2,90

g/min, y además preferiblemente de 1,00 a 2,30 g/min para obtener una fibra con la finura de fibra individual media descrita posteriormente a la velocidad de hilado descrita posteriormente.

5 Como forma de una sección transversal de una fibra de PPS, se puede usar cualquier forma de una forma redonda, una forma redonda hueca, una forma elíptica, una forma aplanada, formas irregulares tal como una forma como una letra X o una letra Y, un polígono y una forma multilobular.

10 En la presente invención, es extremadamente importante que un fibra, que se obtiene por fusión de una resina que contiene PPS como un componente principal, y sacando y estirando hebras de fibras formadas por descarga de la resina fundida desde boquillas de hilado por un eyector (de aquí en adelante, también denominada como una "fibra de PSS"), tenga una temperatura de cristalización que no supere 112°C. La definición y el método de medida de la temperatura de cristalización se describirán posteriormente en los ejemplos.

15 Los presentes inventores han encontrado la correlación entre la temperatura de cristalización de un fibra de PPS y el encogimiento por ebullición. Es decir, como se muestra por la relación entre la temperatura de cristalización y el encogimiento por ebullición mostrada en la figura 1, cuando la temperatura de cristalización es mayor de 112°C, el encogimiento por ebullición es tan grande como el 30% o más, y cuando la temperatura de cristalización es 112°C o menor, el encogimiento por ebullición disminuye rápidamente y es varios % a una temperatura de cristalización de 111°C. La definición y el método de medida del encogimiento por ebullición se describirán posteriormente en los ejemplos. El encogimiento por ebullición es preferiblemente del 15% o menos, más preferiblemente del 10% o menos, y además preferiblemente del 8% o menos para suprimir la aparición del encogimiento a lo ancho irregular, arrugas e irregularidad de superficie debido a la contracción por calor. Aunque el mecanismo que muestra la correlación mostrada en la figura 1 no está claro, se piensa que una menor temperatura de cristalización en la fibra de PPS muestra que la cristalización se produce más. Según esto, al disminuir la temperatura de cristalización de la fibra a 112°C o menos, preferiblemente 111°C o menos, incluso cuando una red no tejida hecha de un filamento de PPS se une por termocompresión por un cilindro calentador sin realizar tratamiento de estiramiento y/o tratamiento con calor bajo tensión a una temperatura de una temperatura de cristalización del filamento o más, se puede obtener una tela no tejida de filamentos de PPS, en la que el encogimiento a la ancho irregular, arrugamiento e irregularidad de superficie debido a la contracción por calor no se produce.

30 Cuando la temperatura de cristalización de la fibra es mayor de 112°C, si se realiza unión por termocompresión por un cilindro calentador, surgen problemas de encogimiento a lo ancho irregular, arrugamiento e irregularidad de superficie debido a la contracción por calor.

35 El límite inferior de la temperatura de cristalización de la fibra es preferiblemente 105°C o más desde el punto de vista de una propiedad de unión por termocompresión y similares.

40 En el método para producir una tela no tejida de filamentos de la presente invención, es importante disponer un eyector en tal posición que la distancia entre la cara inferior de las boquillas de hilado y la salida de emisión del aire comprimido del eyector (de aquí en adelante, también denominado como "Dn", con referencia a la figura 2) sea de 450 a 650 mm. Haciendo esto, es posible preparar una fibra de PPS que tiene una temperatura de cristalización que no supera 112°C a una velocidad de hilado de al menos 5.000 m/min y menos de 6.000 m/min. Aunque el mecanismo para esto no está claro, se estima que la tensión de estiramiento se puede aplicar a una posición en un estado en que la solidificación por enfriamiento no es todavía completa en una hebra de hilado, y por tanto, la orientación y la cristalización se pueden fomentar según la fibra se hace más fina. Se estima que cuando la Dn es más de 650 mm, la solidificación por enfriamiento es casi completa en una posición donde se aplica la tensión de estiramiento, y apenas se fomentan la orientación y la cristalización. Cuando la Dn es más de 650 mm, se hace necesario hilar a una velocidad de hilado mayor de 6.000 m/min o más, que no es preferido como se describe posteriormente. Puesto que hay una tendencia a que una Dn menor pueda aumentar la velocidad de hilado más a la misma presión del eyector, y se prefiere en términos de economía que la presión del eyector sea baja, la Dn preferiblemente se ajusta a 600 mm o menos.

55 Por otra parte, cuando la Dn es menor de 450 mm, el enfriamiento es insuficiente y tiende a producirse la rotura de las hebras frecuentemente. Además, incluso si la resina de PPS se puede hilar a una velocidad de hilado de 5.000 m/min o más, es difícil obtener una fibra de PPS que tenga una temperatura de cristalización que no supere 112°C. Aunque el mecanismo no está claro, se estima que la tensión se aplica a una posición de la fibra en un estado de estar fundida o semifundida, y consecuentemente la hebra se vuelve más fina, pero la orientación y la cristalización apenas se fomentan debida a la fluidez excesivamente alta de una estructura interna de la fibra. En vista de esto, la Dn se ajusta preferiblemente a 500 mm o más, y más preferiblemente a 550 mm o más.

60 Además, cuando se usa un eyector que tiene una distancia desde un puerto de entrada a una salida de emisión de aire comprimido de 50 mm, puesto que la distancia entre la cara inferior de las boquillas de hilado y el puerto de entrada del eyector (de aquí en adelante, denominado como una "longitud de hilado") es menor que la Dn en 50 mm, la longitud de hilado se ajusta de 400 a 600 mm, preferiblemente de 450 a 550 mm, más preferiblemente de 500 a 65 550 mm, correspondiente al intervalo anteriormente mencionado de Dn.

- Es importante que la velocidad de hilado a la que se hila la fibra de PPS sea 5.000 m/min o más y menos de 6.000 m/min. La definición y el método de medida de la velocidad de hilado se describirán posteriormente en los ejemplos. Cuando a velocidad de hilado es menor de 5.000 m/min, apenas se obtiene una fibra que tiene una temperatura de cristalización que no supera 112°C. La velocidad de hilado es preferiblemente 5.500 m/min o más. Por otra parte, una velocidad de hilado de 6.000 m/min está prácticamente casi en el límite para un método de sacar y estirar hebras con un eyector. Si la fibra se hila a una velocidad de hilado de 6.000 m/min o más, el consumo de energía del aire a alta presión que se va a suministrar al eyector se hace enorme, y se produce con frecuencia rotura de hebras adicional ya que la fibra no puede seguir la deformación de las mismas.
- Aunque la velocidad de hilado puede estar afectada por una cantidad de descarga de una resina fundida descargada desde un agujero de la boquilla de hilado o una condición de enfriamiento debajo de la boquilla de hilado, la velocidad de hilado generalmente se determina mediante una presión de aire que se va a suministrar a un eyector (también denominada un "presión de eyector"), o la Dn.
- La finura de fibra individual media de la fibra de PPS es preferiblemente de 0,5 a 10 dtex. Al mantener la finura de fibra individual media a 0,5 dtex o más, se alcanza la fibrosidad de una fibra, y la aparición frecuente de rotura de las hebras se puede suprimir. Además, al mantener la finura de fibra individual media a 10 dtex o menos, la cantidad de descarga de una resina fundida por un agujero de la boquilla de hilado se puede mantener baja para permitir suficiente enfriamiento, y por tanto se puede suprimir la unión por fusión entre las fibras. La finura de fibra individual media del filamento es más preferiblemente de 1 a 5 dtex, y además preferiblemente de 2 a 4 dtex desde el punto de vista de suprimir la irregularidad en peso por unidad de área de la tela no tejida para hacer la calidad de la superficie mejor, o desde el punto de vista de rendimiento de recogida de polvo en el caso de aplicar la tela no tejida a filtros.
- El método para producir una tela no tejida de filamentos de la presente invención incluye el paso unión por termocompresión de la red no tejida obtenida usando un cilindro calentador. Como la forma de cilindro calentador que se va a emplear, se usa un par de rodillos de realce superior e inferior en el que se combinan un rodillo superior y un rodillo inferior, que tienen respectivamente una superficie esculpida, un par de rodillos en los que se combinan un rodillo que tiene una superficie plana (lisa) y un rodillo de realce que tiene una superficie esculpida, o un par de rodillos en los que se combinan rodillos que tienen una superficie plana (lisa).
- Entre estos, se prefiere que después de obtener una red no tejida, la unión por presión temporalmente de la red por un rodillo de calandria, en la que un par de rodillos superior e inferior tienen una superficie lisa, respectivamente, se realiza con el fin de controlar el espesor de la tela no tejida obtenida y uniformizar variaciones en el espesor en la dirección a lo ancho antes de la unión por termocompresión mediante el cilindro calentador, y después se realiza la unión por termocompresión mediante un cilindro calentador, preferiblemente un rodillo de realce. Como el rodillo de calandria, se puede usar un rodillo de calandria de una combinación de rodillos metálicos superior e inferior o un rodillo de calandria de un rodillo metálico y un rodillo de resina.
- La temperatura a la que la unión por presión temporal se realiza mediante el rodillo de calandria puede ser menor que la temperatura a la que la unión por termocompresión se realiza después de ello, pero la temperatura es preferiblemente la temperatura de cristalización de la fibra o menor para evitar el fomento de la cristalización de la fibra de PPS excesivamente para realizar eficazmente el control del espesor de una tela no tejida o la unión por termocompresión por un cilindro calentador. Por otra parte, la temperatura de la unión por presión temporal es preferiblemente 80°C o mayor para alcanzar la capacidad de que una red no tejida sea llevada por un control adecuado del espesor y unión por presión temporal adecuada.
- La presión lineal del rodillo de calandria durante la unión por presión temporal es preferiblemente de 50 a 700 N/cm, y más preferiblemente de 150 a 400 N/cm. Al ajustar la presión lineal a 50 N/cm o más, se puede realizar una unión por presión temporal adecuada para lograr la capacidad de llevar una lámina. Por otra parte, al ajustar la presión lineal a 700 N/cm o menos, es posible prevenir que el espesor se vuelva excesivamente pequeño como papel, y prevenir que características de una tela no tejida estén alteradas, por ejemplo, la falta de permeabilidad al aire.
- La temperatura a la que se realiza la unión por termocompresión mediante un cilindro calentador preferiblemente está en el intervalo de 260 a 282°C. Al justar la temperatura de la unión por termocompresión a 260°C o más, más preferiblemente a 265°C o más, se puede prevenir la unión por termocompresión inadecuada, y se puede suprimir el pelado o pelusa de una lámina. Por otra parte, al ajustar la temperatura de la unión por termocompresión a 282°C o menos, más preferiblemente a 280°C o menos, es posible prevenir que se produzca la fusión de la fibra para producir la perforación de una parte de unión por presión.
- Además, la relación de un área unida por presión en el momento cuando se usa un rodillo de realce para la unión por termocompresión es preferiblemente del 8 al 40%. Al ajustar la relación de área de unión por presión al 8% o más, más preferiblemente al 10% o más, y además preferiblemente al 12% o más, es posible alcanzar una resistencia que es adecuada para el uso práctico. Además, al ajustar la relación del área de unión por presión al 40% o menos, más preferiblemente al 30% o menos, y además preferiblemente al 20% o menos, es posible prevenir

que la tela no tejida se vuelva un producto como una película en el conjunto, y prevenir que características de una tela no tejida tal como permeabilidad al aire apenas se alcancen.

### Ejemplos

5 De aquí en adelante, el método para producir una tela no tejida de filamentos de la presente invención se describirá específicamente a modo de ejemplos, pero no se pretende que la presente invención esté limitada a estos ejemplos. Las características en estos ejemplos se midieron por los siguientes métodos.

10 (1) Índice de fluidez (MFR) (g/10 min)

El MFR de PPS se midió en las condiciones de temperatura de medida de 315,5°C y carga de medida de 5 kg según ASTM D1238-70.

15 (2) Finura de fibra individual media (dtex)

Después de sacar y estirar hebras de fibras mediante un eyector, se tomaron diez trozos pequeños de muestra de la red no tejida recogida en la malla en base aleatoria, se tomaron fotografías de superficie con aumentos de 500 a 1000 veces con un microscopio, y se seleccionaron 10 fibras por cada muestra, 100 fibras en total, y se midieron sus anchuras de fibra para calcular una media. Una anchura media de las fibras individuales se consideró como un diámetro medio de fibras que tienen una sección transversal redonda, y del diámetro medio y una densidad sólida de la resina usada, se calculó un peso por 10.000 m de un fibra individual y se redondeó por debajo del primer lugar de decimales para determinar una finura de fibra individual media.

25 (3) Velocidad de hilado (m/min)

A partir de la finura de fibra individual media (dtex) de fibras y la cantidad de descarga, determinada según las condiciones, de una resina descargada de un agujero de la boquilla de hilado (de aquí en adelante, denominada como una cantidad de descarga de un agujero) (g/min), se calculó la velocidad de hilado basándose en la siguiente ecuación:

Velocidad de hilado = (10000 x cantidad de descarga de un agujero)/finura de fibra individual media.

35 (4) Temperatura de cristalización (°C)

Se tomaron tres muestras de un filamento obtenido sacando y estirando mediante un eyector, y se sometieron 5 mg de muestra a calorimetría diferencial de barrido (DSC 62000 fabricado por Seiko Instruments Inc.) y la temperatura de la muestra se subió a 10°C/min desde 30°C hasta 340°C. Se midió la temperatura en un vértice de un pico de cristalización (pico exotérmico) en la curva de calorimetría diferencial de barrido resultante, y se tomó la media de tres muestras como una temperatura de cristalización. Cuando hay una pluralidad de picos de cristalización, se empleó la temperatura en el vértice del pico en un lado de la temperatura más alta.

(5) Encogimiento por ebullición (%)

45 Se tomaron filamentos pasados a través de un eyector, y se alinearon cinco filamentos en una muestra (la longitud era aproximadamente 10 cm). Se aplicó una carga descrita posteriormente a esta muestra y se midió su longitud  $L_0$ , y después la muestra se sumergió en agua hirviendo durante 20 minutos sin tensión, se sacó del agua hirviendo, se secó de forma natural, y después de ello se midió de nuevo su longitud  $L_1$  con la misma carga aplicada. A partir de  $L_0$  y  $L_1$  se calculó el encogimiento por ebullición para determinar una media de cuatro muestras. Las ecuaciones de cálculo de la carga y el encogimiento por ebullición se muestran a continuación. La carga se redondeó por debajo del segundo lugar de decimales.

- Carga (g) = 0,9 x (cantidad de descarga de un agujero) (g/min)
- Encogimiento por ebullición (%) =  $\{(L_0 - L_1)/L_0\} \times 100$

55 (6) Peso por unidad de área de tela no tejida (g/m<sup>2</sup>)

El peso por unidad de área se midió según JIS L 1906 (2000), párrafo 5.2 masa por unidad de área.

60 (7) Tensión de rotura de tela no tejida (N/5 cm)

La tensión se rotura se midió según JIS L 1906 (2000), párrafo 5.3 tensión de rotura y elongación (estándar).

(8) Contracción por calor de tela no tejida (%)

65

La contracción por calor se midió según JIS L 1906 (2000), párrafo 5.9 contracción por calor. La temperatura en una máquina de secado isotérmica se ajustó a 200°C, y una muestra se trató con calor durante 10 minutos.

(Ejemplo 1)

5 Una resina de sulfuro de polifenileno lineal (fabricada por TORAY INDUSTRIES, INC., número de producto: E2280) con un MFR de 160 g/10 min, que no está copolimerizada con triclorobenceno por diseño, se secó a una temperatura de 160°C durante 10 horas en una atmósfera de nitrógeno. La resina se fundió en un extrusor, la resina fundida se hiló desde una boquilla de hilado rectangular que tenía un agujero de  $\Phi$  0,30 mm de diámetro a una cantidad de descarga de un agujero de 1,38 g/min a una temperatura de hilado de 325°C, y hebras descargadas en una atmósfera de una temperatura ambiente de 20°C se sacaron y estiraron a una presión de eyector de 0,25 MPa por un eyector rectangular dispuesto a una posición 550 mm (una longitud de hilado de 550 mm) inmediatamente por debajo de la boquilla de hilado, en la que la distancia desde un puerto de entrada a una salida de emisión de aire comprimido del eyector es 50 mm (la distancia (Dn) entre la cara inferior de las boquillas de hilado y la salida de emisión del aire comprimido es 600 mm), y recogidas en una malla en movimiento para formar una red no tejida. Una propiedad de hilado era buena, y la finura de fibra individual media de los filamentos obtenidos era 2,4 dtex, una velocidad de hilado convertida era 5.726 m/min, una temperatura de cristalización de la fibra era 110,9°C y un encogimiento por ebullición era el 6,7%.

20 Posteriormente, la red no tejida obtenida se unió por presión temporalmente a una temperatura de unión temporal de 90°C a una presión lineal de 200 N/cm por un par de rodillos de calandria metálicos superior e inferior localizados en línea, y después de unió por termocompresión a una temperatura de unión por termocompresión de 275°C a una presión lineal de 1.000 N/cm por una par de rodillos de realce superior e inferior en el que el rodillo superior está compuesto de un rodillo de realce metálico que está esculpido en un patrón de lunares y tiene una relación de área de unión por presión del 12%, y el rodillo inferior está compuesto de rodillo plano metálico para obtener una tela no tejida de filamentos que tiene un peso por unidad de área de 201 g/m<sup>2</sup>. La tela no tejida de filamentos obtenida era una tela no tejida de buena calidad que no produjo encogimiento a lo ancho irregular grande, ni arrugas ni irregularidad de superficie debido a contracción por calor durante la unión por termocompresión de la red no tejida de filamentos por el rodillo de realce. Además, la tela no tejida de filamentos obtenida tenía una resistencia a la tracción en la dirección de la máquina de 305 N/5 cm y contracciones por calor del 0% en la dirección de la máquina y del -0,4% en la dirección transversal.

(Ejemplo 2)

35 Se preparó una tela no tejida de filamentos de la misma manera que en el ejemplo 1 excepto que se dispuso el eyector a una posición 450 mm (una longitud de hilado 450 mm, Dn 500 mm) desde inmediatamente debajo de la boquilla de hilado. Una propiedad de hilado era buena como con el ejemplo 1. Una finura de fibra individual media de los filamentos obtenidos era 2,3 dtex, una velocidad de hilado convertida era 5.897 m/min, una temperatura de cristalización de la fibra era 110,8°C y un encogimiento por ebullición era el 6,0%. Además, la tela no tejida de filamentos obtenida era una tela no tejida de buena calidad que no produjo encogimiento a lo ancho irregular grande, ni arrugas ni irregularidad de superficie debido a contracción por calor durante la unión por termocompresión de la red no tejida de filamentos por el rodillo de realce. Además, la tela no tejida de filamentos obtenida tenía un peso por unidad de área de 201 g/m<sup>2</sup>, una resistencia a la tracción en la dirección de la máquina de 306 N/5 cm y contracciones por calor del -0,1% en la dirección de la máquina y del -0,2% en la dirección transversal.

(Ejemplo 3)

50 Se preparó una tela no tejida de filamentos de la misma manera que en el ejemplo 1 excepto por cambiar una cantidad de una resina descargada de un agujero a 0,83 g/min. Aunque había una tendencia de producir rotura de hebras un poco en el hilado comparado con el ejemplo 1, no hubo problema en el nivel de rotura de hebras. Una finura de fibra individual media de los filamentos obtenidos era 1,6 dtex, una velocidad de hilado convertida era 5.188 m/min, una temperatura de cristalización de la fibra era 111,0°C y un encogimiento por ebullición era el 7,0%. Además, la tela no tejida de filamentos obtenida era una tela no tejida de buena calidad que no produjo encogimiento a lo ancho irregular grande, ni arrugas ni irregularidad de superficie debido a contracción por calor durante la unión por termocompresión de la red no tejida de filamentos por el rodillo de realce. Además, la tela no tejida de filamentos obtenida tenía un peso por unidad de área de 202 g/m<sup>2</sup>, una resistencia a tracción en la dirección de la máquina de 310 N/5 cm y contracciones por calor del -0,1% en la dirección de la máquina y del 0% en la dirección transversal.

(Ejemplo 4)

60 Se preparó una tela no tejida de filamentos de la misma manera que en el ejemplo 1 excepto por cambiar una cantidad de una resina descargada de un agujero a 0,83 g/min y el eyector se dispuso a una posición 450 mm (una longitud de hilado de 450 mm, Dn 500 mm) desde inmediatamente por debajo de la boquilla de hilado. Aunque había una tendencia de producir rotura de hebras un poco en el hilado comparado con el ejemplo 1, no hubo problema en el nivel de rotura de hebras. Una finura de fibra individual media de los filamentos obtenidos era 1,5 dtex, una

5 velocidad de hilado convertida era 5.497 m/min, una temperatura de cristalización de la fibra era 110,4°C y un encogimiento por ebullición era el 6,7%. Además, la tela no tejida de filamentos obtenida era una tela no tejida de buena calidad que no produjo encogimiento a lo ancho irregular grande, ni arrugas ni irregularidad de superficie debido a contracción por calor durante la unión por termocompresión de la red no tejida de filamentos por el rodillo de realce. Además, la tela no tejida de filamentos obtenida tenía un peso por unidad de área de 200 g/m<sup>2</sup>, una resistencia a la tracción en la dirección de la máquina de 312 N/5 cm y contracciones por calor del 0% en la dirección de la máquina y del -0,1% en la dirección transversal.

10 (Ejemplo comparativo 1)

15 Se preparó una tela no tejida de filamentos de la misma manera que en el ejemplo 1 excepto por cambiar la presión del eyector a 0,05 MPa. Una finura de fibra individual media de los filamentos obtenidos era 5,6 dtex, una velocidad de hilado convertida era 2.482 m/min, una temperatura de cristalización de la fibra era 123,1°C y un encogimiento por ebullición era el 55,4%. La tela no tejida de filamentos obtenida produjo encogimiento a lo ancho irregular grande y arrugas debido a la contracción por calor durante la unión por termocompresión de la red no tejida de filamentos por el rodillo de realce, y no se obtuvo una tela no tejida de filamentos de buena calidad. Particularmente, el encogimiento a lo ancho irregular de la tela no tejida de filamentos de este ejemplo comparativo era significativamente grande (encogimiento significativo y solidificación) comparado con el ejemplo comparativo 2 descrito posteriormente, y por tanto la tela no tejida de filamentos no se pudo someter a realce.

20 (Ejemplo comparativo 2)

25 Se preparó una tela no tejida de filamentos de la misma manera que en el ejemplo 1 excepto por cambiar la presión del eyector a 0,15 MPa. Una finura de fibra individual media de los filamentos obtenidos era 3,2 dtex, una velocidad de hilado convertida era 4.299 m/min, una temperatura de cristalización de la fibra era 115,4°C y un encogimiento por ebullición era el 52,3%. La tela no tejida de filamentos obtenida produjo encogimiento a lo ancho irregular grande y arrugas debido a la contracción por calor durante la unión por termocompresión de la red no tejida de filamentos por el rodillo de realce, y no se obtuvo una tela no tejida de filamentos de buena calidad.

30 (Ejemplo comparativo 3)

35 Se preparó una tela no tejida de filamentos de la misma manera que en el ejemplo 1 excepto que el eyector se dispuso a una posición 350 mm (una longitud de hilado 350 mm, Dn 400 mm) desde inmediatamente por debajo de la boquilla de hilado y la presión del eyector se cambió a 0,20 MPa. Se encontraron roturas de hebras esporádicas debido a la falta de enfriamiento con respecto a una propiedad de hilado comparado con el ejemplo 1. Una finura de fibra individual media de los filamentos obtenidos era 2,5 dtex, una velocidad de hilado convertida era 5.498 m/min, una temperatura de cristalización de la fibra era 115,9°C y un encogimiento por ebullición era el 50,0%. La tela no tejida de filamentos obtenida produjo encogimiento a lo ancho irregular grande y arrugas debido a la contracción por calor durante la unión por termocompresión de la red no tejida de filamentos por el rodillo de realce, y no se obtuvo una tela no tejida de filamentos de buena calidad.

40 (Ejemplo comparativo 4)

45 Se preparó una tela no tejida de filamentos de la misma manera que en el ejemplo 1 excepto que el eyector se dispuso a una posición 350 mm (una longitud de hilado 350 mm, Dn 400 mm) desde inmediatamente por debajo de la boquilla de hilado. Se encontraron roturas de hebras con frecuencia debido a la falta de enfriamiento con respecto a una propiedad de hilado y la tela no tejida de filamentos era defectuosa. Una finura de fibra individual media de los filamentos obtenidos era 2,2 dtex, una velocidad de hilado convertida era 6.415 m/min, una temperatura de cristalización de la fibra era 112,4°C y un encogimiento por ebullición era del 21,0%. La tela no tejida de filamentos obtenida produjo arrugas debido al encogimiento a lo ancho irregular de la red no tejida debido a la contracción por calor durante la unión por termocompresión de la red no tejida de filamentos por el rodillo de realce, y no se obtuvo una tela no tejida de filamentos de buena calidad.

50 (Ejemplo comparativo 5)

55 Se preparó una tela no tejida de filamentos de la misma manera que en el ejemplo 1 excepto que el eyector se dispuso a una posición 650 mm (una longitud de hilado 650 mm, Dn 700 mm) desde inmediatamente por debajo de la boquilla de hilado. Una propiedad de hilado era buena, y una finura de fibra individual media de los filamentos obtenidos era 2,5 dtex, una velocidad de hilado convertida era 5.564 m/min, una temperatura de cristalización de la fibra era 113,2°C y un encogimiento por ebullición era del 28,4%. La tela no tejida de filamentos obtenida produjo encogimiento a lo ancho irregular grande y arrugas debido a la contracción por calor durante la unión por termocompresión de la red no tejida de filamentos por el rodillo de realce, y no se obtuvo una tela no tejida de filamentos de buena calidad.

60 (Ejemplo comparativo 6)

5 Se preparó una tela no tejida de filamentos de la misma manera que en el ejemplo 1 excepto que el eyector se dispuso a una posición 750 mm (una longitud de hilado 750 mm, Dn 800 mm) desde inmediatamente por debajo de la boquilla de hilado. Una propiedad de hilado era buena, y una finura de fibra individual media de los filamentos obtenidos era 2,6 dtex, una velocidad de hilado convertida era 5.408 m/min, una temperatura de cristalización de la fibra era 114,2°C y un encogimiento por ebullición era del 44,7%. La tela no tejida de filamentos obtenida produjo encogimiento a lo ancho irregular grande de una red no tejida y arrugamiento debido a la contracción por calor durante la unión por termocompresión de la red no tejida de filamentos por el rodillo de realce, y no se obtuvo una tela no tejida de filamentos de buena calidad.

10 (Ejemplo comparativo 7)

15 Se preparó una tela no tejida de filamentos de la misma manera que en el ejemplo 1 excepto que se usó una resina de sulfuro de polifenileno (fabricada por TORAY INDUSTRIES, INC., número de producto: T1881) con un MFR de 70 g/10 min, que está copolimerizada con triclorobenceno en una cantidad del 0,06% molar, una cantidad de una resina descargada de un agujero se cambió a 0,83 g/min y la presión del eyector se cambió a 0,20 MPa. Sin embargo, la rotura de hebras se produjo significativamente durante el hilado y la formación de una red no tejida se abandonó. Una finura de fibra individual media de los filamentos obtenidos era 1,8 dtex, una velocidad de hilado convertida era 4.511 m/min, una temperatura de cristalización de la fibra era 112,0°C y un encogimiento por ebullición era del 10,0%.

20 (Ejemplo de referencia 1)

25 En el ejemplo 1, las hebras de fibras descargadas de las boquillas de hilado se dejaron caer libremente sin sacarlas y estirarlas por un eyector y solidificaron para formar fibras, y se tomó una muestra de las fibras y se midió una temperatura de cristalización. Consecuentemente, la temperatura de cristalización era 135,2°C.

Los resultados de los ejemplos 1 a 4 se muestran en la tabla 1, y los resultados de los ejemplos comparativos 1 a 7 y el ejemplo de referencia 1 se muestran en la tabla 2.

[Tabla 1]

Resina	MFR	Ejemplo 1				Ejemplo 2				Ejemplo 3				Ejemplo 4			
		160	-	160	160	160	-	160	160	160	-	160	160	160	-	160	
Hilado	Triclorobenceno																
	Cantidad de descarga de un agujero de boquilla	g/10 min	g/min														
	Longitud de hilado	mm															
	Presión del eyector	MPa															
	Finura de fibra individual media	dtex															
	Velocidad de hilado	m/min															
	Temperatura de cristalización de la fibra	°C															
	Encogimiento por ebullición	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	
	Número correspondiente en la figura 1		(1)	(2)	(3)	(4)	(1)	(2)	(3)	(4)	(1)	(2)	(3)	(4)	(1)	(2)	(3)
	Temperatura	°C	°C														
Unión por presión temporal por rodillo de calandria	Presión lineal	N/cm															
	Temperatura	°C															
	Presión lineal	N/cm															
Unión por termocompresión por rodillo de realce	Peso por unidad de área	g/m <sup>2</sup>															
	Resistencia a la tracción (dirección de la máquina)	N/5 cm															
Tela no tejida	Contracción por calor	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	
	dirección de la máquina	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
	dirección transversal	-0,4	-0,4	-0,2	-0,2	-0,1	-0,1	-0,1	-0,1	-0,1	-0,1	-0,1	-0,1	-0,1	-0,1	-0,1	

[Tabla 2]

		Ejemplo comparativo 1	Ejemplo comparativo 2	Ejemplo comparativo 3	Ejemplo comparativo 4	Ejemplo comparativo 5	Ejemplo comparativo 6	Ejemplo comparativo 7	Ejemplo de referencia 1	
Resina	MFR	160	160	160	160	160	160	70	160	
	Triclorobenceno % molar	-	-	-	-	-	-	0,06	-	
Hilado	Cantidad de descarga de un agujero de boquilla	1,38	1,38	1,38	1,38	1,38	1,38	0,83	1,38	
	Longitud de hilado	600	600	400	400	700	800	600	-	
	Presión del eyector	0,05	0,15	0,20	0,25	0,25	0,25	0,20	-	
	Finura de fibra individual media	5,6	3,2	2,5	2,2	2,5	2,6	1,8	-	
	Velocidad de hilado	2482	4299	5498	6415	5564	5408	4511	-	
	Temperatura de cristalización de la fibra	123,1	115,4	115,9	112,4	113,2	114,2	112,0	135,2	
	Encogimiento por ebullición	55,4	52,3	50,0	21,0	28,4	44,7	10,0	-	
	Número correspondiente en la figura 1	(5)	(6)	(7)	(8)	(9)	(10)	(11)	(12)	
	Unión por presión temporal por rodillo de calandria	Temperatura	90	90	90	90	90	90	-	-
		Presión lineal	200	200	200	200	200	200	-	-
Unión por termocompresión por rodillo de realce	Temperatura	275	275	275	275	275	275	-	-	
	Presión lineal	1000	1000	1000	1000	1000	1000	-	-	

5 En los ejemplos 1 a 4 en los que la temperatura de cristalización del filamento era 112°C o menos, incluso cuando no se realizó tratamiento de estiramiento y/o tratamiento por calor bajo tensión a una temperatura de una temperatura de cristalización del filamento o más en la red no tejida obtenida, se puede realizar la unión por termocompresión por un rodillo de realce, y se obtuvo una tela no tejida de filamentos de buena calidad, que está libre de arrugas e irregularidad de superficie. Además, la tela no tejida de filamentos obtenida produjo poca contracción por calor a 200°C y era excelente en estabilidad dimensional.

10 Por otra parte, en los ejemplos comparativos 1 a 6 en los que la temperatura de cristalización de un filamento era mayor de 112°C, cualquier red no tejida produjo encogimiento a lo ancho irregular grande de una red no tejida y arrugas debido a la contracción por calor durante la unión por termocompresión por el rodillo de realce, y no se obtuvo una tela no tejida de filamentos de buena calidad.

15 En el ejemplo comparativo 7 que usa la resina de PPS copolimerizada con triclorobenceno, una temperatura de cristalización de la fibra se puede hacer 112°C o menos, pero puesto que se produjo rotura de hebras significativamente durante el hilado, no se obtuvo una tela no tejida de buena calidad.

#### **Aplicabilidad industrial**

20 Puesto que la tela no tejida de filamentos es superior en estabilidad dimensional, resistencia al calor, retardo de llama, resistencia química, la tela no tejida de filamentos se puede usar adecuadamente para varios filtros industriales, materiales aislantes eléctricos, separadores para una célula, materiales base de membrana para el tratamiento de agua, materiales base de aislamiento de calor y ropa protectora.

**REIVINDICACIONES**

1. Un método para producir una tela no tejida de filamentos, que comprende los pasos de:
  - 5 a) obtener filamentos que tienen una temperatura de cristalización que no supera 112°C por fusión de una resina que contiene sulfuro de polifenileno como un componente principal que no está sustancialmente copolimerizado con triclorobenceno, y sacar y estirar hebras de fibras formadas por descarga de la resina fundida de boquillas de hilado a una velocidad de hilado de al menos 5.000 m/min y menos de 6.000 m/min por un eyector, que está dispuesto de modo que la distancia entre la cara inferior de las boquillas de hilado y la salida de emisión de aire comprimido del eyector sea de 450 a 650 mm;
  - 10 b) recoger los filamentos obtenidos en un malla en movimiento para formar un red no tejida; y
  - c) unir por termocompresión la red no tejida obtenida usando un cilindro calentador.
- 15 2. El método para producir una tela no tejida de filamentos según la reivindicación 1, en donde el paso de (d) unir por presión temporalmente la red no tejida mediante un rodillo de calandria a una temperatura menor que la temperatura de cristalización del filamento se realiza entre los pasos (b) y (c).

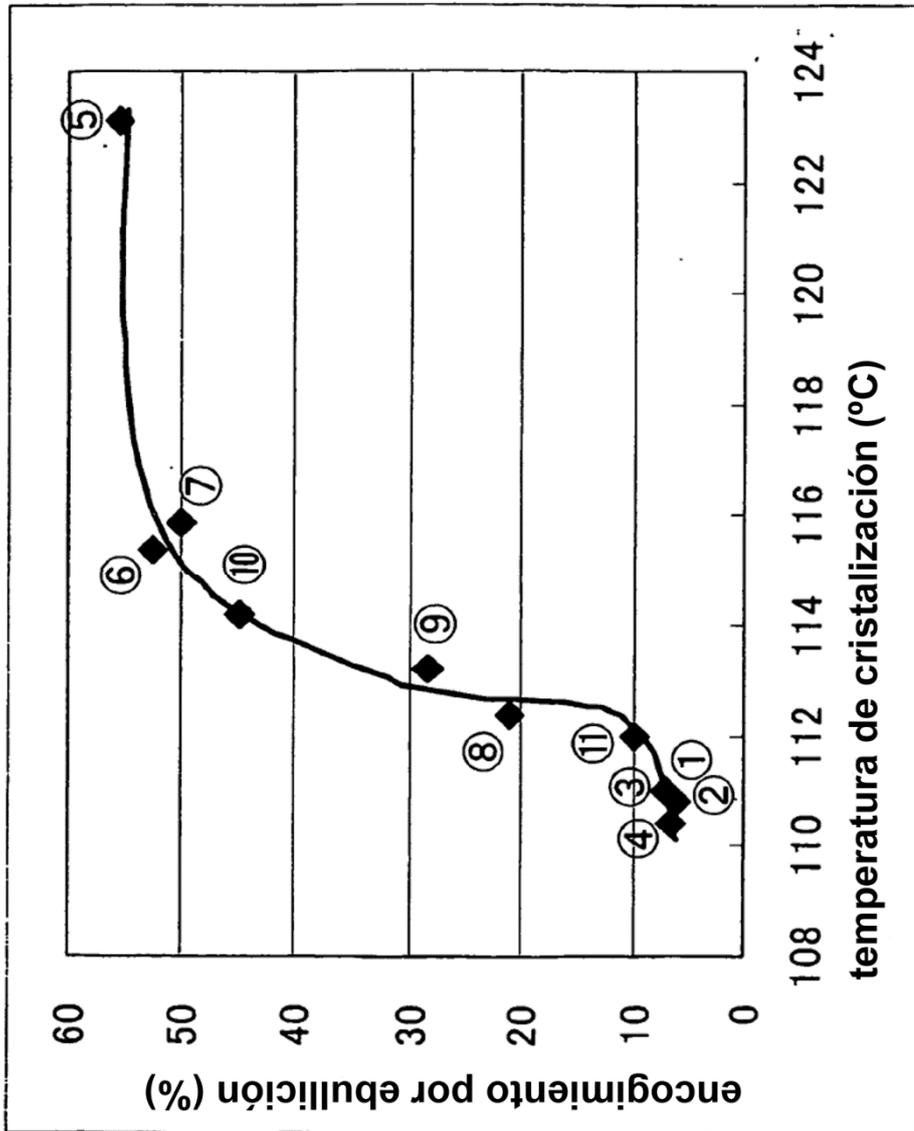


Figura 1

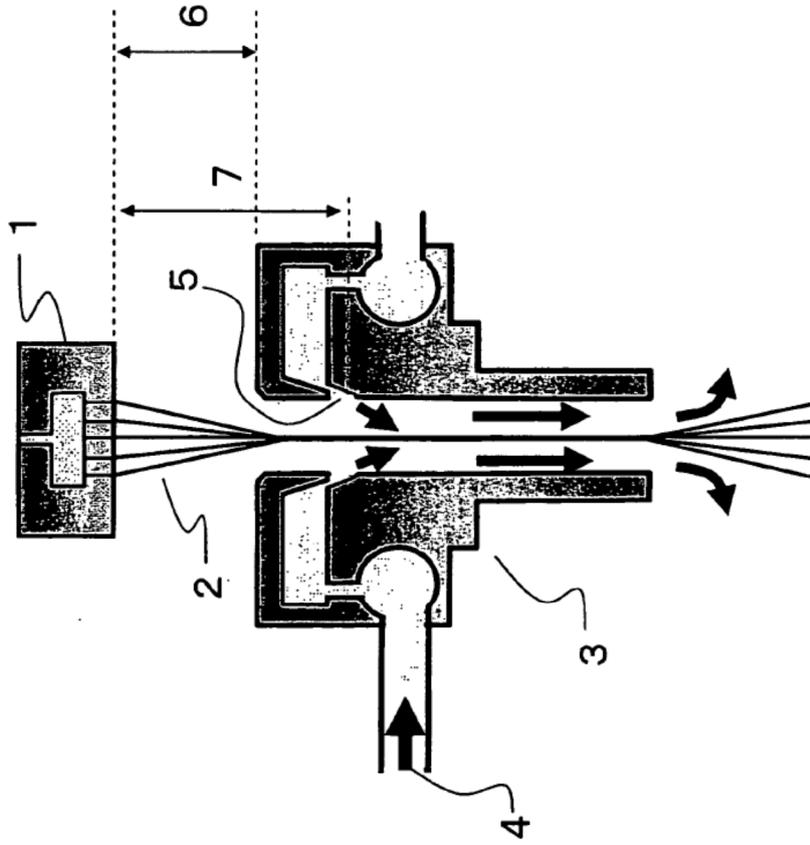


Figura 2