(19) Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) EP 0 517 628 B1

(12) **FASCICULE DE BREVET EUROPEEN**

(45) Date de publication et mention de la délivrance du brevet:
01.04.1998 Bulletin 1998/14

(51) Int Cl.[6]: **D01F 6/60**, D01F 1/10

(21) Numéro de dépôt: **92420185.8**

(22) Date de dépôt: **03.06.1992**

(54) **Procédé pour l'obtention de fils polyamides avec une meilleure productivité**

Verfahren zur Herstellung von Polyamidfasern mit verbesserter Produktivität

Process for the production of polyamide filaments with better productivity

(84) Etats contractants désignés:
AT BE CH DE DK ES FR GB GR IT LI LU NL PT SE

(30) Priorité: **07.06.1991 FR 9107190**

(43) Date de publication de la demande:
09.12.1992 Bulletin 1992/50

(73) Titulaire: **RHONE-POULENC FIBRES**
69003 Lyon (FR)

(72) Inventeurs:
- **Chaubet, Olivier**
  F-69002 Lyon (FR)
- **Roggenstein, Walter**
  F-69110 Sainte Foy Les Lyon (FR)
- **Witmeyer, Noel**
  F-38540 Saint-Just Chaleyssin (FR)

(74) Mandataire: **Esson, Jean-Pierre et al**
RHONE-POULENC CHIMIE,
Direction de la Propriété Industrielle,
Centre de Recherches des Carrières,
BP 62
69192 Saint-Fons Cédex (FR)

(56) Documents cités:
FR-A- 951 371 **US-A- 2 819 173**

- **WORLD PATENTS INDEX Section Ch, Week 7844, Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A, AN 78-79190A**

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la date de publication de la mention de la délivrance du brevet européen, toute personne peut faire opposition au brevet européen délivré, auprès de l'Office européen des brevets. L'opposition doit être formée par écrit et motivée. Elle n'est réputée formée qu'après paiement de la taxe d'opposition. (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

EP 0 517 628 B1

Printed by Jouve, 75001 PARIS (FR)

Description

La présente invention concerne un procédé permettant d'obtenir des filaments à base de polyamide (PA) non étirés avec une meilleure productivité.

Elle concerne également les fils modifiés non étirés à base de polyamide convenant pour la texturation par étirage-texturation fausse torsion.

Les fils à base de polyamide non étirés généralement utilisés pour l'opération d'étirage-texturation par fausse torsion doivent présenter des propriétés d'orientation et de cristallinité faible, de manière à mieux orienter les macromolécules puis à cristalliser et fixer ainsi l'orientation au cours du processus d'étirage-texturation sans dégrader ou casser les filaments lors de la fixation thermique du fil.

En particulier, il est connu selon la demande de brevet français publiée sous le n° 2 274 710 de préparer des fils PA utilisables directement dans des procédés d'étirage-texturation par fausse torsion, par filage à l'état fondu de polyhexaméthylène adipamide, refroidissement, traitement dans une atmosphère de vapeur d'eau et sous pression pour obtenir les propriétés désirées de fil, et de préférence léger surétirage des fils avant le renvidage. Celui-ci est réalisé à des vitesses généralement comprises entre 2700 et 4000 m/min.

Pour augmenter la vitesse de filage sans modifier sensiblement les propriétés de cristallinité et d'orientation des fils POY non étirés, il a également été proposé dans la demande de brevet européen publiée sous le n° 08274 (A) d'introduire dans le PA fondu du polyéthylène ou de polypropylène formant ensuite des mocrofibrilles dans les filaments obtenus.

Mais l'addition de polymère sous forme de fines particules présente des inconvénients lors d'une réalisation industrielle : en particulier, elle nécessite une technologie très sophistiquée pour l'obtention de mélanges ayant une finesse et une stabilité dans le temps suffisantes pour permettre un filage fiable et sans casses de brins. De fait une telle technique n'est pas utilisable industriellement.

Il est également connu d'améliorer la productivité des fils PA non orientés, aptes à la texturation par fausse-torsion, par introduction dans les chaînes polymériques de 0,01 à 1 mole % d'un agent de branchement tel que la bishexaméthylène triamine, ou l'acide trimésique, ou l'aminométhyl-4 diamino octane-1,8. Mais de tels composés modifient la rhéologie du polymère en augmentant sa viscoélasticité de sorte que le filage de tels copolymères devient très délicat et présente des risques importants de casses de brins.

Par ailleurs, il est également connu, selon la demande de brevet français publiée sous le n° 1 428 439 de préparer des compositions résineuses de PA contenant de la silice sous forme de particules < 10 µm de conductance spécifique < 5.10^{-4} mho/cm.

Mais l'utilisation de telles compositions concerne les applications matières plastiques.

Il est également connu selon le brevet français n° 1 169 578 de préparer des compositions de PA pour moulage par compression et injection ayant des zones de ramollissement et de fusion plus étendues, permettant de maintenir un écoulement visqueux et d'éviter les gels en incorporant au PA des charges minérales telles que le SiO_2 de dimension de particule 1 à 40 µm.

Il est aussi connu selon le brevet français n°. 951 371 un procédé de fabrication de (filaments et) fils à base, entre autres, de polyhéxaméthylèneadipamide, dans lequel procédé on incorpore dans le polymère, avant son filage conventionnel à l' état de fusion, une substance inerte en quantité de 0,005 % à 0,05 %, substance inerte qui, même en étant de préférence le dioxyde de titane, néanmoins peut consister aussi en de la silice. Cependant, ce procédé connu est à basse vitesse et les fils obtenus sont étirés.

La présente invention a pour objet la préparation de fils à base de PA non étirés, préorientés, avec une productivité améliorée.

Plus particulièrement elle concerne un procédé selon la revendication 1, conçu pour améliorer la productivité lors du filage d'un fil préorienté à base de polyamide, à une vitesse d'au moins 4000 m/min, par introduction, dans le polymère fondu avant filage, d'une quantité de 0,05 à 1% de préférence de 0,05 à 0,5 % en poids de silice de combustion, de dimension particulaire comprise entre 5 et 15 nm, sous forme de dispersion dans un mélange maître du même PA que celui destiné à être conformé. La distance interparticulaire moyenne des agrégats de SiO_2 dans le polymère final est comprise entre 0,2 et 0,7 µm, la valeur maximale entre 2 agrégats étant ≤ 3 µm.

Après filage, les filaments sont refroidis au moyen d'un courant gazeux à température ambiante puis ensimés et renvidés à une vitesse comprise entre 4200 et 5800 m/min, les filaments étant de préférence entrelacés avant d'être renvidés.

Le gain de productivité obtenu est supérieur à 10 %, plus généralement supérieur à 15 % ou même plus.

La présente invention concerne également des fils selon la revendication 4. Il s'agit de fils préorientés non étirés à base de PA, contenant 0,05 à 1 %, de préférence 0,05 à 0,5 % en poids de silice de combustion de dimension particulaire comprise entre 5 et 15 nm (50 à 150 Å) répartie régulièrement dans le PA, présentant un retard à la cristallisation et à l'orientation.

Dans la description, on entend par polyamide le polyhexaméthylène adipamide, ou des copolyamides contenant

au moins 85 % d'unités hexaméthylène adipamide et jusqu'à 15 % d'autres unités obtenues en remplaçant par exemple l'acide adipique de départ par un autre diacide tel que l'acide téréphtalique, sébacique, et ou en remplaçant les deux monomères par du caprolactame par exemple.

Les polyamides de départ peuvent également contenir des additifs connus tels que des agents matifiants, des agents de stabilisation vis-à-vis de la lumière, de la chaleur et de l'oxydation, des additifs destinés à réduire l'accumulation des charges statiques ou modifier l'aptitude à la teinture, etc...

Le polyamide utilisé selon la présente invention présente une viscosité relative mesurée sur une solution à 8,4 % en poids par volume dans l'acide formique à 90 % comprise entre 38 et 52, de préférence 40 environ.

Sous l'expression silice de combustion, on entend le dioxyde de silicium obtenu par combustion d'un composé organosilicié et accessible dans le commerce sous différentes marques tels que le type Aérosil 300 de la Société Degussa, ou un dioxyde de silicium traité en surface de manière connue pour éviter les réagglomérations. Les silices sont des charges ultrafines se présentant sous forme d'agrégats constitués de particules élémentaires de surface spécifique comprise entre 100 et 450 m^2/g, dont la taille est comprise entre 5 et 15 nm (50 à 150 Å), plus généralement de l'ordre de la centaine d'Å et rassemblés en chaînes linéaires.

Selon l'invention la silice de combustion est mélangée à du PA identique au PA à conformer dans un appareil de mélangeage en phase fondue tel que une extrudeuse double vis ou tout dispositif approprié, dans des proportions telles qu'un mélange maître à 1-10 % de silice, de préférence 2-5 % est obtenu sous forme de granulés à 260-280°C, de préférence environ 260-270°C.

Les granulés de mélange-maître ainsi obtenus contiennent de la silice très uniformément répartie. La répartition dans le polymère final est évaluée par la distance moyenne interparticulaire des agrégats.

En effet, selon l'invention, la distance interparticulaire moyenne des agrégats dans le polymère final est comprise entre 0,2 et 0,7 µm, la valeur maximale entre deux agrégats de silice étant $\leqq$ 3 µm. Cette évaluation est faite à partir de photographies réalisées en microscopie électronique, les photographies étant ensuite traitées en analyse d'image afin de connaître le nombre de particules et de calculer la distance interparticulaire de chaque agrégat.

La distance interparticulaire dépend évidemment du taux de silice introduite : plus celui-ci est élevé plus faible sera la distance interparticulaire. Par ailleurs la dispersion de silice dans le polyamide dépend en partie du type de silice utilisée, certaines silices enrobées se dispersant mieux que les silices non enrobées.

Si le taux de silice est > 1 %, cela aura une incidence sur le comportement rhéologique du polymère et en particulier le filage risque d'être perturbé par des casses de brins.

Si le taux de silice est inférieur à 0,05 %, la distance interparticulaire moyenne devient trop élevée, le taux de silice introduit est insuffisant pour modifier la structure du polyamide de sorte que l'effet recherché n'est pas obtenu.

Les mélanges maîtres sont introduits dans des proportions diverses selon le taux de silice désiré, dans le polyamide qui peut être soit à l'état fondu, soit à l'état de granulés, avant le filage par exemple au moyen d'une extrudeuse malaxeuse double vis chauffée entre 260-270°C ou tout autre moyen approprié.

Selon l'invention le taux de silice désiré sur fil, est compris entre 0,05 et 1 %, de préférence 0,05 et 0,5 % en poids.

Le filage est réalisé aux températures habituelles pour le polyamide entre 280 et 295°C, de préférence voisine de 285°C et les filaments sont refroidis sous la filière par un courant gazeux de refroidissement puis ensimés et renvidés à des vitesses comprises entre 4200 et 5800 m/min. Les conditions de refroidissement peuvent varier en fonction du dispositif de refroidissement utilisé, de la vitesse précise du filage, du titre et du nombre de filaments, ces réglages étant du ressort de l'homme de métier.

De préférence, les filaments sont entrelacés et/ou entremêlés avant le renvidage pour une meilleure dévidabilité ultérieure.

Le procédé selon l'invention, de manière surprenante et inattendue, permet d'obtenir des filaments non étirés, préorientés, avec une productivité améliorée supérieure à 10 %, généralement supérieure à 15 % ou même plus, due à un retard à l'orientation des filaments : c'est-à-dire que pour un même niveau d'orientation des filaments, la vitesse de renvidage est supérieure à 10 % ou même 15 % et plus.

Les études scientifiques montrent que lors de l'obtention directe des fils PA non étirés depuis des vitesses très basses (500 à 1000 m/min) jusqu'à au moins plus de 6000 m/min, on observe d'abord une forte orientation des zones cristallines et amorphes, puis une orientation plus faible, l'orientation étant développée essentiellement par la contrainte de filage qui est surtout fonction de la vitesse d'appel et du titre des filaments. L'état d'orientation du matériau, en particulier l'orientation de la phase amorphe, l'organisation des phases cristallines et amorphes, l'interface entre les phases cristallines et amorphes, pour un polyamide donné, est nettement mis en évidence par l'allongement à la rupture des fils issus de ce matériau. Celui-ci, en effet, diminue de manière importante depuis des vitesses de filage allant de 1000 m à 4000 m/min, puis de manière nettement plus faible de 4000 à 6000 m/min et au delà. De ce fait il est difficile d'obtenir des fils polyamides préorientés non étirés, apte aux procédés d'étirage-texturation utilisés à ce jour à des vitesses supérieures à 4000 m/min.

Selon la présente invention, il a été trouvé, de manière surprenante, que l'introduction de 0,05 à 1 % de préférence 0,05 % à 0,5 %, de silice de combustion provoquait un retard à la diminution de l'allongement à la rupture ou proche

de la rupture des filaments en fonction de la vitesse de filage, retard qui correspond à un retard à l'orientation des filaments le long du chemin de filage. Cette orientation retardée permet d'obtenir des fils préorientés, non étirés possédant des caractéristiques identiques à celles des fils obtenus à des vitesses inférieures d'au moins 10 %, plus généralement au moins 15 %, calculées par rapport aux valeurs de leur allongement à la rupture, ou leur allongement correspondant à même contrainte, proche de la rupture.

Selon l'invention, les valeurs d'allongements à la rupture ou à une contrainte donnée sont mesurées avec un dynamonètre normal connu dans le commerce sous la marque Instron 1122 relié à un calcuteur ; chaque valeur représente la moyenne sur 20 mesures.

Allongement à une contrainte de référence : $\frac{lc - lo}{lo} \times 100$

lc = longueur correspondant à la contrainte de référence ou de rupture,

lo = longueur initiale.

La figure 1 montre le décalage des valeurs d'allongement à la rupture en fonction de la vitesse de filage par des fils chargés respectivement de 0,05 et 0,5 % en poids de silice par rapport à un polymère témoin non chargé et pour des vitesses supérieures à 4000 m/min. La valeur des allongements sur fils polyamide non étirés témoin, filés à des vitesses inférieures à 4000 m/min est également indiquée en référence.

Le retard à l'orientation des fils modifiés selon l'invention est confirmé par les valeurs du module sonique et de biréfringence qui sont mesurées de la manière suivante.

Module sonique = on effectue la mesure du changement de phase électrique causé par les variations de longueur d'onde mécanique longitudinale d'un fil qui défile entre une sonde émetrice de fréquence 6750 cycles/sec et une sonde réceptrice. Les changements de phase, par une relation simple, représentent directement les changements de la vitesse du son qui sont, par des changements bien connus, l'image des changements de module. Le module sonique ou dynamique est directement proportionnel au carré de la vitesse du son dans l'échantillon par la densité de la matière.

Biréfringence = mesurée sur brin circulaire seulement.

La biréfringence d'un filament témoigne de l'orientation macromoléculaire de sa matière. Elle est égale à la différence des indices de réfraction dans les directions parallèles et perpendiculaire à l'axe du filament :

$$\Delta\eta = \eta// - \eta_{\perp}$$

Les indices de réfractions sont obtenus par une méthode optique de compensation (lumière polarisée et compensateur de Berek) sur filament individuel maintenu tendu sous faible tension en dispersion dans de l'huile de vaseline.

La présente invention permet donc de produire à des vitesses de filage supérieures à 4000 m/min des fils polyamides préorientés, non étirés présentant une orientation retardée correspondant à celles de fils obtenus à des vitesses inférieures d'au moins 10 %, plus généralement 15 % ou même plus. De tels fils ayant une orientation retardée présentent les caractéristiques mécaniques de fils obtenus à des plus basses vitesses ce qui permet leur texturation par fausse torsion dans de bonnes conditions par les procédés d'étirage texturation simultané, brochette ou friction. Ils peuvent également être utilisés pour toutes les transformations textiles telles que tissage, bonneterie ou la fabrication de nappes non-tissées.

Par ailleurs l'introduction de silice n'altère pas les propriétés mécaniques des fils nécessaires pour leur utilisation ultérieure ; de plus la silice de combustion est peu onéreuse et ne nécessite pas de modification importante des installations industrielles de filage.

Les exemples qui suivent sont donnés à titre indicatif mais non limitatif pour illustrer l'invention.

Exemples 1 à 3

On réalise un mélange maître à 5 % de silice au moyen d'une extrudeuse double vis corotative totalement engrenée, connue dans le commerce sous la marque Leistreitz LSM 30/34, travaillant à une vitesse de rotation moyenne de 300 t/min et à une température variant de 260-270°C.

La silice de combustion utilisée est une charge ultrafine du commerce de type A 300 de la Société Degussa. Elle se présente sous forme d'agrégats constitués de particules élémentaires de surface spécifique 300 m^2/g, de densité apparente 0,05 à 0,06, la taille des particules étant comprise entre 5 et 15 nm (50 à 150 Å). Le mélange maître à 5 % de silice est ensuite introduit dans des proportions diverses, selon le taux final de silice désiré, dans le polyamide à l'état fondu avant le filage, au moyen d'une extrudeuse malaxeuse double vis chauffée à une température croissante de 260 à 270°C et avec une vitesse de rotation de 300 tours/min.

Le profil de température permet la fusion de la matière polyamide avant l'adjonction de la charge qui se fait donc en milieu fondu. Une zone de vide est instaurée sur une partie de l'extrudeuse afin d'assurer le séchage du polyamide.

Le taux de silice final et la distance interparticulaire moyenne entre agrégats dans le polymère final sont les suivants :

	Taux de silice en poids	Distance interparticulaire moyenne entre agrégats
Ex. 1	0,05 %	1 µm
Ex. 2	0,25 %	0,7 µm
Ex. 3	0,50 %	0,7 µm

Le polyamide chargé de silice est filé au travers d'une plaque filière maintenue à 283°C comportant 2 fois 7 orifices de section ronde de 0,34 mm de diamètre est dont la hauteur de l'orifice est égale à 4 fois son diamètre. Le filage est effectué à débit constant par orifice de 1,68 g/min. Les filaments sont refroidis par un courant d'air transversal à température ambiante en présence d'humidité (HR = 60 %), envoyé à une vitesse de 50 m/min. Les filaments sont convergés et ensimés simultanément puis entrelacés au moyen d'une buse pneumatique, (pression d'air 2 bars) et renvidés à différentes vitesses : 4200 - 5000 - 5800 m/min.

Le fil témoin est obtenu de manière identique mais des vitesses de filage plus basses ont été réalisées pour l'évaluation du gain de productivité à partir des valeurs d'allongement à la rupture.

Les caractéristiques des fils sont rassemblés dans le tableau suivant :

	Vitesses m/min)	1) 0,05	2) 0,25	3) 0,50	Témoin
TITRE en dtex					
	4200	26,9	29,1	28,2	28
	5000	24,7	24,3	24	23,5
	5800	18,3	21	20,3	20,1
TENACITE cN/tex					
	4200	26,5	26,4	28,4	36,7
	5000	27,4	29	29,3	35,7
	5800	30,8	30,1	30,4	37,6
MODULE de YOUNG cN/tex					
	4200	110	104	110	127
	5000	136	126	123	137
	5800	161	148	147	157
RETRAIT EB %					
	4200	3,1	2,8	3,3	2,8
	5000	4,2	3,7	3,9	4,3
	5800	5,1	4	4,7	4,3
MODULE SONIQUE					
	4200	269,5			279,9
	5000	310,4			313,7
	5800	348			362,4
BIREFRINGENCE					
	4200	38,7			43,7
	5000	41,9			42,8
	5800	43,0			44,7
ALLONGEMENT %					
	1000				300
	1400				225
	1800				170
	2000				160
	2400				130
	2800				110
	3200				98
	3600				85
	3800				80
	4000				78
	4200	87,6	88,3	94,5	74,8
	5000	74,2	75	81,5	68,7
	5800	70,2	71	72,6	61,7
GAIN DE PRODUCTIVITE %					
	4200	20,0	22,0	28,9	
	5000	16,5	21,1	34,0	
	5800	20,8	23,5	26,9	

D'après les valeurs ci-dessus on remarque que les meilleurs gains de productivité sont obtenus avec les plus fortes charges en silice. De tels fils sont destinés à la texturation sur les machines de fausse torsion habituelles.

Exemples 4 et 5

On reproduit le procédé utilisé dans les exemples 1 à 3 en utilisant une silice de combustion de mêmes surface spécifique et densité, traitée en surface par de l'octaméthylcyclotétrasilaxone en phase gazeuse pour éviter les réag-

glomérations.

On prépare un mélange maître à 5 % de silice traitée de la manière indiquée dans les exemples 1 à 3. Le mélange maître est introduit sous forme de granulés en même temps que le polyamide à conformer dans une extrudeuse malaxeuse à double vis chauffée à une température croissante entre 260 et 270°C et avec une vitesse de rotation de 300 tours/min. Une zone de vide assure le séchage du polymère dans la dernière partie de l'extrudeuse.

Le taux de silice final et la distance interparticulaire moyenne dans le polymère final sont les suivants :

Ex.	Taux de silice en poids	Distance interparticulaire moyenne entre agrégats	Taille d'agrégats
4	0,5 %	0,7 µm	0,1 µm
5	1 %	0,6 µm	0,1 µm

Le polyamide chargé de silice est filé au travers d'une plaque filière maintenue à 282°C comportant 2 fois 10 orifices de section ronde de 0,39 mm de diamètre et dont la hauteur de l'orifice est égale à 4 fois son diamètre. Le filage est effectué à titre constant. Les filaments sont refroidis par un courant d'air transversal à température ambiante en présence d'humidité (HR = 60 %), envoyé à une vitesse de 48 m/min. Les filaments sont convergés et ensimés simultanément puis entrelacés au moyen d'une buse pneumatique (pression d'air 2,2 bars) et renvidés à différentes vitesses : 4800 - 5500 m/min.

Le fil témoin est obtenu de manière identique (mais des vitesses de filage plus basses ont été réalisées pour l'évaluation du gain de productivité à partir des valeurs d'allongement).

Pour des raisons d'homogénéité des différents essais, les valeurs d'allongement ont été mesurés pour une contrainte de 45,6 cN/tex, identique pour tous les essais.

Les valeurs d'allongement des fils sont rassemblées dans le tableau suivant :

Vitesse m/min	% SiO2	Allongement %	Gain de productivité %
4800	0	66,6	-
4800	0,5	73,9	17
4800	1	76,1	21,5
5500	0	56,7	-
5500	0,5	64,2	11
5500	1	67,4	15,9

Revendications

1. Procédé de fabrication d'un fil préorienté non étiré à base de polyamide, à une vitesse d'au moins 4 000 m/min caractérisé par le fait que, avant le filage, une quantité de 0,05 à 1 % en poids de silice de combustion de dimension particulaire comprise entre 5 et 15 nm est introduite dans le polymère fondu sous forme de dispersion dans un mélange maître de même polyamide que celui destiné à être conformé, les filaments après filage étant ensuite refroidis au moyen d'un courant gazeux à température ambiante puis ensimés et renvidés à une vitesse comprise entre 4 200 et 5 800 m/min.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que le gain de productivité est d'au moins 10 % basé sur la mesure de l'allongement.

3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que le gain de productivité est d'au moins 15 % basé sur la mesure de l'allongement.

4. Fils polyamide préorientés non étirés obtenus par le procédé selon la revendication 1, caractérisés par le fait qu'ils contiennent de 0,05 à 1 % en poids de silice de combustion de dimension particulaire comprise entre 5 et 15 nm et qu'ils présentent un retard à l'orientation.

5. Fils selon la revendication 4, caractérisés par le fait que la distance interparticulaire moyenne entre les agrégats de silice est comprise entre 0,2 et 0,7 µm, la valeur maximale entre 2 agrégats de silice étant ≤ 3 µm.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines preorientierten, nicht gestreckten Fadens auf der Basis von Polyamid mit einer Geschwindigkeit von mindestens 4000 m/min, dadurch gekennzeichnet, daß vor dem Verspinnen eine Menge von 0,05 Gew.-% bis 1 Gew.-% Siliciumdioxid aus der Verbrennung mit einer Dimension der Teilchen zwischen 5 nm und 15 nm in das geschmolzene Polymer in Form einer Dispersion in einem Masterbatch des gleichen Polyamids eingetragen wird, das für die Formgebung vorgesehen ist, wobei die Fasern dann nach dem Verspinnen mit Hilfe eines Gasstromes auf Umgebungstemperatur abgekühlt, anschließend geschmälzt und mit einer Geschwindigkeit zwischen 4200 m/min und 5800 m/min aufgewikkelt werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Produktivitätsgewinn mindestens 10 % beträgt, basierend auf der Messung der Dehnung.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Produktivitätsgewinn mindestens 15 % beträgt, basierend auf der Messung der Dehnung.

4. Preorientierte, nicht gestreckte Polyamidfäden, erhalten durch das Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sie 0,05 Gew.-% bis 1 Gew.-% Siliciumdioxid aus der Verbrennung mit einer Dimension der Teilchen zwischen 5 nm und 15 nm enthalten, und daß sie eine Orientierungsverzögerung aufweisen.

5. Fäden nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß der mittlere, interpartikuläre Abstand zwischen den Aggregaten des Siliciumdioxides zwischen 0,2 µm und 0,7 µm und der maximale Wert zwischen zwei Aggregaten des Siliciumdioxides ≤ 3 µm beträgt.

Claims

1. Process for manufacturing a polyamide-based undrawn preoriented yarn at a speed of at least 4000 m/min, characterized in that, before the spinning, a quantity of 0.05 to 1 % by weight of pyrogenic silica of particle size of between 5 and 15 nm is introduced into the molten polymer in the form of dispersion in a masterbatch of the same polyamide as that intended to be processed, the filaments after spinning being then cooled by means of a gas stream at room temperature and then sized and wound at a speed of between 4200 and 5800 m/min.

2. Process according to Claim 1, characterized in that the gain in output efficiency is at least 10 % based on the measurement of the elongation.

3. Process according to Claim 1, characterized in that the gain in output efficiency is at least 15 % based on the measurement of the elongation.

4. Undrawn preoriented polyamide yarns obtained by the process according to Claim 1, characterized in that they contain from 0.05 to 1 % by weight of pyrogenic silica of particle size of between 5 and 15 nm and that they exhibit a delay in the orientation.

5. Yarns according to Claim 4, characterized in that the mean interparticular distance between the silica aggregates is between 0.2 and 0.7 µm, the maximum value between 2 silica aggregates being ≤ 3 µm.

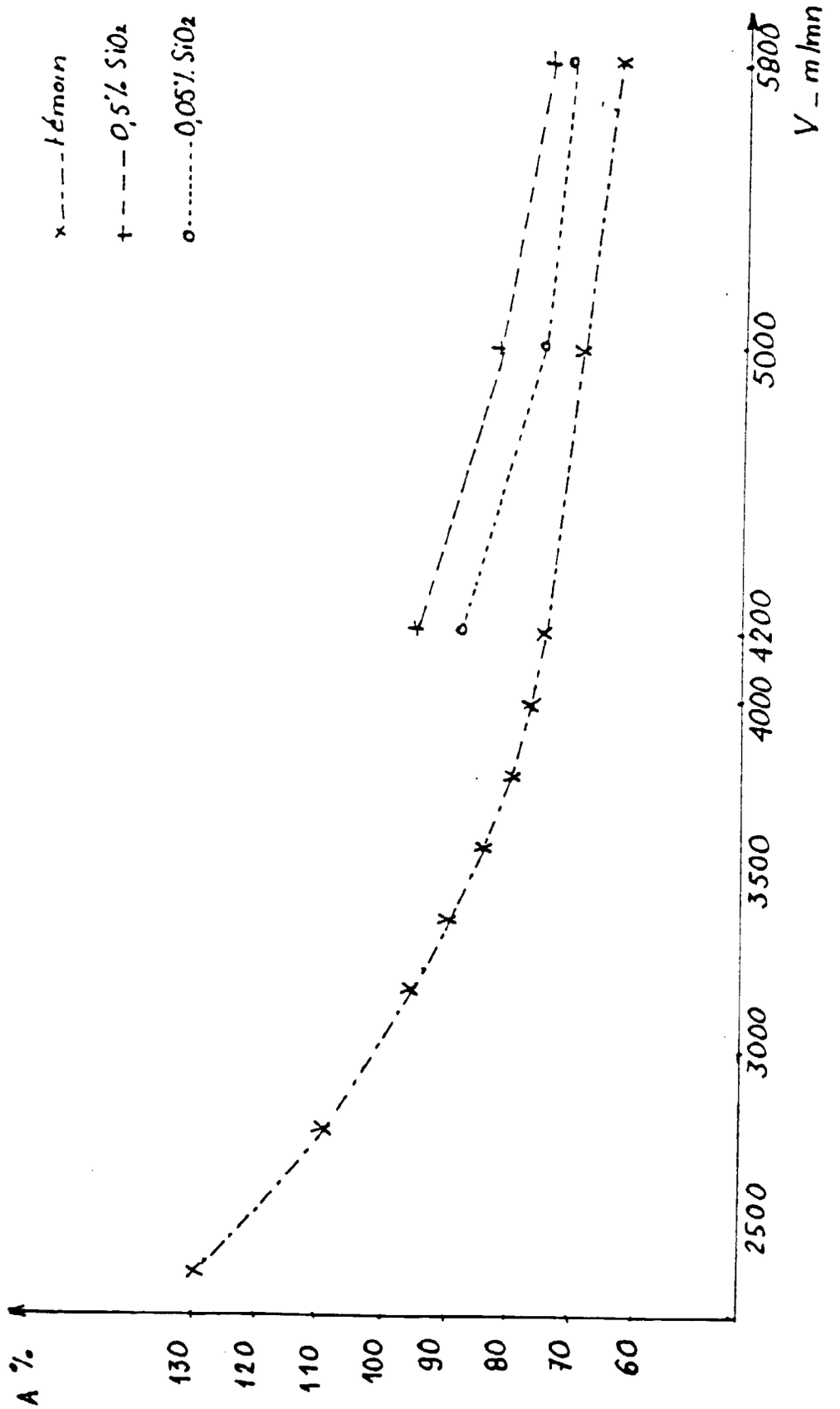

x---- Témoin
+---- 0,5% SiO2
o..... 0,05% SiO2
A %
130
120
110
100
90
80
70
60
2500
3000
3500
4000
4200
5000
5800
V_m/mn

Fig. 1