

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 878 567 A2

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:
18.11.1998 Patentblatt 1998/47

(51) Int. Cl.⁶: **D01F 6/06**, D01F 6/46,
D01F 1/10

(21) Anmeldenummer: **98107669.8**

(22) Anmeldetag: **28.04.1998**

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

(30) Priorität: **14.05.1997 DE 19720135**
30.05.1997 DE 19722579

(71) Anmelder: **PCD Polymere AG**
2323 Schwechat-Mannswörth (AT)

(72) Erfinder:
• **Rätzsch, Manfred, Prof. Dr.**
4202 Kirchschlag (AT)
• **Panzer, Ulf, Dr.**
4320 Perg (AT)

- **Hesse, Achim, Dr.**
4020 Linz (AT)
- **Reichelt, Norbert, Dr.**
4501 Neuhofen (AT)
- **Kirchberger, Manfred, Ing.**
4731 Prambachkirchen (AT)
- **Niedersüss, Peter, Ing.**
4020 Linz (AT)
- **Wolfsberger, Anton, Ing.**
4210 Engerwitzdorf (AT)

(74) Vertreter:
Schinke, Herbert, Dr. Dr.,
Patentanwaltskanzlei
Am Haupttor, Bürocenter
06236 Leuna (DE)

(54) **Polyolefinfasern und Polyolefingarne und daraus hergestellte textile Flächengebilde**

(57) Polyolefinfasern und Polyolefingarne hoher Festigkeit und Dehnung und daraus hergestellte textile Flächengebilde, die aus modifizierten Propylenpolymeren, nichtmodifizierten Propylenpolymeren und Hilfsstoffen bestehen, werden durch Aufschmelzen der Polyolefinmischungen im Extruder, Überführung der Schmelze durch Spinnpumpen zu den Spinn Düsen und Abzug der extrudierten Fäden durch schnelllaufende Galetten und/oder Wickler hergestellt.

Die Polyolefinfasern und Polyolefingarne hoher Festigkeit und Dehnung und daraus hergestellte textile Flächengebilde sind zur Herstellung von Heimtextilien, mehrschichtigen Textilien, technischen Textilien, Vliesstoffen im Medizin- und Hygienebereich und von elastischen Hygieneartikeln geeignet.

EP 0 878 567 A2

Beschreibung

Die Erfindung betrifft durch Schmelzverarbeitung hergestellte Polyolefinfasern und Polyolefingarne hoher Festigkeit und Dehnung, insbesondere nichtnachver-
streckte Polyolefinfasern und Polyolefingarne, und dar-
aus hergestellte textile Flächengebilde.

Fasern, Garne und textile Flächengebilde aus Polypropylen sind bekannt (US 3 092 891; „Folien, Gewebe und Vliesstoffe aus Polypropylen“, S.175-189, VDI-Verlag Düsseldorf 1979; Moore, P., „Polypropylene-Handbook“ S. 350-358, Carl-Hanser-Verlag München 1996).

Die Herstellungsverfahren für Fasern und Garne auf Basis von Polypropylen unterscheiden sich durch Spinn-
geschwindigkeit und Nachbehandlung der Spinn-
fäden.

Bekannte Herstellungsverfahren für Polypropylen-Stapelfasern durch Schmelzspinnen sind das Schnellspinnverfahren und das Kurzspinnverfahren.

Bei der Herstellung von Stapelfasern auf Basis von Polypropylen nach dem Schnellspinnverfahren, bereits bekannt als Schnellspinnprozeß für das Ausspinnen von Polyester- oder Polyamidfäden, werden die Filamente mit hoher Geschwindigkeit (500 bis 2000 m/min.) von der Spinn-
düse abgezogen. Da bei diesem Verfahren keine vollständige Orientierung der Polypropylen-Makromoleküle erfolgt, müssen die hergestellten Filamente in einem weiteren Arbeitsgang verstreckt werden. Dies erfolgt zumeist in Kombination mit anderen Nachverarbeitungsschritten.

Bei der Herstellung von Stapelfasern auf Basis von Polypropylen nach dem Kurzspinnverfahren wird bei sehr niedrigen Spinn-
geschwindigkeiten (30 bis 150 m/min) gearbeitet, dadurch können die Kühlzonen der Spinnanlagen sehr kurz dimensioniert werden [Schweitzer, A., Chemiefasern/Textilindustrie 88(1986), 671-674]. Die niedrigen Spinn-
geschwindigkeiten ermöglichen ein direktes kontinuierliches Zuführen der zu Spinnkabeln zusammengeführten Filamente auf die Streck- und Nachfolgeeinrichtungen.

Nach der Technologie des Schnellspinnverfahrens erfolgt ebenfalls das „Vororientierte-Garn-Spinnen“ [„Pre-Oriented-Yarn (POY)-Spinning“], bei dem die aus der Spinn-
düse austretenden Fäden nach dem Durchlaufen des Blasschachtes von schnelllaufenden Galetten bzw. direkt vom Wickler mit 1000 bis 5000 m/min abgezogen und auf Kreuzspulen gewickelt werden. Die Fasereigenschaften werden dabei maßgeblich durch die eingebrachte Orientierung aus dem schmelzförmigen Zustand bestimmt [Wulforst, B., Chemiefasern/Textilindustrie 92(1990), 971-976]. Dieser Oreintierungseffekt resultiert aus der Differenz zwischen Extrusionsgeschwindigkeit und der Abzugs- bzw. Aufwickelgeschwindigkeit.

Vergleichbare Verhältnisse zur Beeinflussung der Fasergrundeigenschaften gelten auch für das Spinn-
vliesverfahren. Beim Spinnvliesverfahren werden die Filamente durch die Kühlzone entweder durch

beschleunigte Fallrohrluft oder preßluftbetriebene Düsen abgezogen [Fourne', F., Chemiefaser-Textilindustrie 95(1993), 811-822]. Die hergestellten unverstreckten Filamente werden in flächiger, ungeordneter Form auf einem siebförmigen Transportband abgelegt und in einem Nachverarbeitungsschritt durch Applikation von Thermobondier- (mittels Kalanderverfestigung) oder Vernadelungsprozessen zum Spinnvlies weiterverarbeitet.

Eine spezielle Variante der Vliesherstellung stellt die BlASFaser- (Melt-Blow) - Spinn-
technologie dar, bei der die Fadenbildung unter Applikation eines hoch-
heitzten Luftstromes um die Kapillardüsenöffnungen erfolgt [Fourne', F., Chemiefasern/Textilindustrie 81(1979), 445-449]. Der Luftstrom zerteilt den schmelz-
zeflüssigten Polymerfaden in viele kleine Einzelfä-
serchen mit sehr geringem Durchmesser und bewirkt gleichzeitig eine Verstreckung der Einzelfäden. Die Weiterverarbeitung der auf dem Siebtransportband abgelegten Fasern oder Filamente erfolgt entsprechend der Spinnvlies-
technologie.

Bei der Herstellung hochfester Filamentgarne [Fully Drawn Yarn (FDY)] werden die Filamente mit Hilfe von Galetten aus der Spinn-
düse abgezogen und in Nachfolgeeinrichtungen aus Reckeinrichtung und Wickler weiterverarbeitet. Die Herstellung hochfester Filamentgarne kann sowohl nach dem Kurzspinnverfahren als auch nach dem Schnellspinnverfahren erfolgen. Zusätzlich zur Verstreckung erfolgt beim „Bulked-Continuous-Filament“-Verfahren eine dreidimensionale Kräuselung durch Texturiervorrichtungen [Busmann, M., Chemiefasern/Textilindustrie 35(1986) 87, 668-672].

Die Eigenschaften der Fasern, Garne und textilen Flächengebilde werden durch das Herstellungsverfahren und die eingesetzten Polypropylene bestimmt.

Ein Zusatz von Nukleierungsmitteln führt zu einem Absinken der Festigkeit der Fasern (Richeson, G., ANTEC'96, 2305-2311). Rezepturen mit Füllstoffen wie Calciumcarbonat [Nago, S., J. Appl. Polymer Sci. 62(1996), 81-86] oder Poly(methylsesquioxan) [Nago, S., J. Appl. Polymer Sci. 61(1996), 2355-2359] ergeben nach Verspinnen und Verstreckung mikroporöse Fasern. Fasern erhöhter Wärmeformbeständigkeit lassen sich durch Verspinnen von Polypropylen-Blends mit Polyethylenterephthalat [Qin, Y., J. Appl. Polymer Sci. 61(1996), 1287-1292] oder mit flüssigkristallinen Polymeren [Qin, Y., Polymer 34(1993), 3597] herstellen.

Fasern aus Polypropylenen besitzen den Nachteil einer relativ niedrigen Zugdehnung. Ein Zusatz von Elastomeren wie Ethylen-Propylen-Kautschuk oder Ethylen-Propylen-Dien-Kautschuk führt zu einer Erhöhung der Dehnung, aber gleichzeitig zu einem starken Abfall der Festigkeit der Polypropylenfasern und Polypropylen-
garne.

Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung bestand in der Entwicklung von Polyolefinfasern und Polyolefingar-
nen hoher Festigkeit und Dehnung, insbesondere von nichtnachverstreckten Polyolefinfasern und Polyolefin-

garnen, und daraus hergestellten textilen Flächegebilden.

Die erfindungsgemäße Aufgabe wurde durch Schmelzeverarbeitung hergestellte Polyolefinfasern und Polyolefingarne hoher Festigkeit und Dehnung, insbesondere nichtnachverstreckte Polyolefinfasern und Polyolefingarne mit Kapillartitern von 1 bis 10 dtex und Zugdehnungen über 130% bei Zugfestigkeiten von mindestens 15 cN/tex, und daraus hergestellten textilen Flächegebilden gelöst, wobei die Polyolefinfasern und Polyolefingarne und daraus hergestellte textile Flächegebilde erfindungsgemäß

entweder aus Polypropylenmischungen bestehen, die einerseits aus

A) 0,05 bis 10 Masse%, vorzugsweise 0,2 bis 3 Masse%, modifizierten Propylenpolymeren mit Schmelzindices von 0,1 bis 50 g/10 min bei 230°C/2,16 kg, bevorzugt 1 bis 40 g/10 min bei 230°C/2,16 kg, und einem Quotienten aus der Grenzviscosität des modifizierten Polypropylens und der Grenzviscosität des nichtmodifizierten Polypropylens mit weitgehend gleichem Molmassen-Gewichtsmittel von 0,20 bis 0,95, die

a) durch Behandlung von Propylen-Homopolymeren und/oder Copolymeren aus Propylen und Ethylen bzw. α -Olefinen mit 4 bis 18 C-Atomen sowie von Mischungen der genannten Polypropylene mit mehrfunktionell ethylenisch ungesättigten Monomeren in Gegenwart ionisierender Strahlung bzw. thermisch zerfallenden Radikalbildnern, oder

b) durch Umsetzung von funktionalisierten Polypropylenen, bevorzugt von Säure- und/oder Säureanhydridgruppen enthaltenden Polypropylenen, mit mehrfunktionellen Verbindungen entgegengesetzter Reaktivität, bevorzugt mit C₂- bis C₁₆-Diaminen und/oder C₂- bis C₁₆-Dienen, oder

c) durch hydrolytische Kondensation von Polypropylenen, die hydrolysierbare Silangruppen enthalten,

hergestellt worden sind, und andererseits aus

B) 99,95 bis 90 Masse%, vorzugsweise 99,8 bis 97 Masse%, nichtmodifizierten Propylenpolymeren, wobei die nichtmodifizierten Propylenpolymere aus

1) üblichen Propylenpolymeren, bevorzugt unter Anwendung von Ziegler-Natta-Katalysatoren oder Metallocenkatalysatoren hergestellten Propylenhomopolymeren und/oder Copolymeren aus Propylen, Ethylen und/oder

α -Olefinen mit 4 bis 18 C-Atomen mit einem Propylengehalt von 80,0 bis 99,9 Masse% in Form von statistischen Copolymeren, Blockcopolymeren und/oder statistischen Blockcopolymeren, mit Schmelzindices von 0,1 bis 300 g/10 min bei 230°C/2,16 kg, bevorzugt 1 bis 100 g/10 min bei 230°C/2,16 kg, die in den Polyolefinfasern und Polyolefingarnen und daraus hergestellten textilen Flächegebilden bis 99 Masse%, bevorzugt 50 bis 99 Masse%, enthalten sein können, und/oder

2) einer Polyolefinmischung mit einem M_w/M_n-Verhältnis von 2 bis 6 und einem Schmelzindex von 1 bis 40 g/10 min bei 230°C/2,16 kp, die aus

2.1) 60 bis 98 Masse% eines kristallinen Copolymeren aus 85 bis 99,5 Masse% Propylen und 15 bis 0,5 Masse% Ethylen und/oder einem α -Olefin der allgemeinen Formel CH₂=CHR, wobei R ein linearer oder verzweigter Alkylrest mit 2 bis 8 Kohlenstoffatomen ist,

2.2) 2 bis 40 Masse% eines elastischen Copolymeren aus 20 bis 70 Masse% Ethylen und 80 bis 30 Masse% Propylen und/oder einem α -Olefin der allgemeinen Formel CH₂=CHR, wobei R ein linearer oder verzweigter Alkylrest mit 2 bis 8 Kohlenstoffatomen ist, besteht,

wobei die Polyolefinmischung in den Polyolefinfasern und Polyolefingarnen und daraus hergestellten textilen Flächegebilden bis 99 Masse%, bevorzugt 10 bis 80 Masse%, enthalten sein kann, und/oder

3) weitgehend amorphen Polypropylenen oder Propylen-Copolymeren mit einem Anteil an kristallinem Polypropylen bzw. kristallinem Propylen-Copolymer unter 10 Masse%, einer Schmelzenthalpie unter 40 J/g und einem Schmelzindex von 0,1 bis 100 g/10 min bei 230°C/2,16 kg, wobei das weitgehend amorphe Polypropylen ein Homopolymer des Propylens und/oder ein Copolymer des Propylens aus mindestens 80 Mol % Propylen und höchstens 20 Mol % eines oder mehrerer α -Olefine der allgemeinen Formel CH₂=CHR ist, wobei R ein linearer oder verzweigter Alkylrest mit 2 bis 8 Kohlenstoffatomen ist, die in den Polyolefinfasern und Polyolefingarnen und daraus hergestellten textilen Flächegebilden bis 50 Masse% enthalten sein können, und/oder

4) nichtisotaktischen Propylen-Homopolymeren mit einem Schmelzpunkt von 145 bis

165°C, einer Schmelzviskosität über 200000 cps bei 190°C, einer Kristallisationswärme von 4 bis 10 cal/g und einem löslichen Anteil in Diethylether von 35 Masse% bis 55 Masse%, die in den Polyolefinfasern und Polyolefingarnen und daraus hergestellten textilen Flächengebilden bis 50 Masse% enthalten sein können,

bestehen,
 oder nur aus nichtmodifizierten Propylenpolymeren B) bestehen, wobei die Komponenten 3) und/oder 4) in Anteilen von 5 bis 50 Masse% und die verbleibenden Komponenten im Gemisch von 95 bis 50 Masse% enthalten sind,
 und wobei weiterhin in den Polyolefinfasern und Polyolefingarnen und daraus hergestellten textilen Flächengebilden 0,01 bis 5 Masse% Hilfsstoffe, bezogen auf die Polyolefine, enthalten sein können.

Die in den Polyolefinfasern und Polyolefingarnen hoher Festigkeit und Dehnung und daraus hergestellten textilen Flächengebilden gegebenenfalls enthaltenen modifizierten Propylenpolymere A) sind Propylenpolymere, die durch radikalische Kopplungsreaktionen oder polymeranaloge Umsetzungen funktionalisierter Polypropylene hergestellt wurden.

Die Ausgangsprodukte für die modifizierten Propylenpolymere A) sind bevorzugt Propylen-Homopolymere als auch aus Copolymeren aus Propylen und α -Olefinen mit 2 bis 18 C-Atomen sowie Mischungen der genannten Polypropylene. Besonders bevorzugte Ausgangsprodukte für diese modifizierten Propylenpolymere sind Polypropylen - Homopolymere, statistische Propylen - Copolymere, Propylen-Blockcopolymere und/oder statistische Propylen-Blockcopolymere.

Beispiele für diese durch radikalische Kopplungsreaktionen erzeugten modifizierten Propylenpolymere A) sind:

- modifizierte Polypropylene durch Umsetzung von Polypropylenen mit Bismaleimidverbindungen in der Schmelze (EP 574 801 ; EP 574804),
- modifizierte Polypropylene durch Behandlung von Polypropylenen mit mehrfunktionell ethylenisch ungesättigten Monomeren unter Einwirkung ionisierender Strahlung (EP 678527),
- modifizierte Polypropylene durch Behandlung von Polypropylenen mit mehrfunktionell ethylenisch ungesättigten Monomeren in Gegenwart von Peroxiden in der Schmelze (EP 688817; EP 450342).

Die durch polymeranaloge Umsetzungen erzeugten modifizierten Propylenpolymere A) lassen sich durch Umsetzung funktionalisierter Polypropylene mit mehrfunktionellen Verbindungen entgegengesetzter

Reaktivität herstellen.

Beispiele für durch polymeranaloge Umsetzungen erzeugte modifizierte Propylenpolymere A) sind:

- modifizierte Polypropylene durch Umsetzung von Maleinsäureanhydridgepfropftem Polypropylen mit Diaminen oder Polyglycolen (EP 177401; JP 08 176 365),
- modifizierte Polypropylene durch Umsetzung von Säure- oder Säureanhydridgruppen enthaltenden Polypropylenen mit Epoxy-, Hydroxy- oder Aminogruppen enthaltenden Polymeren (EP 307684; EP 299486).

Die modifizierten Propylenpolymere A) können ebenfalls durch hydrolytische Kondensation von Polypropylenen, die hydrolysierbare Silangruppen enthalten, hergestellt werden. Beispiele bilden die in DE 4107635 oder US 47 14 716 beschriebenen Produkte.

Für die Polyolefinfasern und Polyolefingarne und daraus hergestellten textilen Flächengebilde werden als modifizierten Propylenpolymere A), die durch Behandlung von Propylen-Homopolymeren und/oder Copolymeren aus Propylen und Ethylen bzw. α -Olefinen mit 4 bis 18 C-Atomen sowie von Mischungen der genannten Polypropylene mit mehrfunktionell ethylenisch ungesättigten Monomeren in Gegenwart von thermisch zerfallenden Radikabildnern hergestellt wurden, insbesondere solche modifizierte Propylenpolymere bevorzugt, die nach einem kontinuierlichen Verfahren hergestellt worden sind, bei dem

1) Polypropylenpartikel in Form von Pulvern, Granulaten oder Grieben mit einer bevorzugten Korngröße im Bereich von 0,001 bis 7 mm, die aus

1.1) Propylen-Homopolymeren, insbesondere aus Propylen-Homopolymeren mit bimodaler Molmassenverteilung, Molmassen-Gewichtsmitteln M_w von 500000 bis 1500000 g/mol, Molmassen-Zahlenmitteln M_n von 25000 bis 100000 g/mol und M_w / M_n -Werten von 5 bis 60, die in einer Reaktorkaskade unter Einsatz von Ziegler-Natta-Katalysatoren oder Metallocenkatalysatoren hergestellt wurden, und/oder aus

1.2) Copolymeren aus Propylen und α -Olefinen mit 2 bis 18 C-Atomen, bevorzugt aus statistischen Propylen-Copolymeren, Propylen-Blockcopolymeren, statistischen Propylen-Blockcopolymeren und/oder elastomeren Polypropylenen, oder aus Mischungen der genannten modifizierten Polypropylene, bestehen,

in einem kontinuierlichen Mischer mit 0,05 bis 3 Masse%, bezogen auf die eingesetzten Polypropy-

lene, an Acylperoxiden, Alkylperoxiden, Hydroperoxiden Peroxycarbonaten und/oder Perestern als thermisch zerfallende Radikalbildner, deren thermischer Zerfall bevorzugt unterhalb 210°C abgeschlossen ist und die gegebenenfalls mit inerten Lösungsmitteln verdünnt sind, unter Erwärmung auf 30 bis 100°C, bevorzugt auf 70 bis 90°C, gemischt worden sind,

2) leichtflüchtige bifunktionelle Monomere, insbesondere C₄- bis C₁₀-Diene und/oder C₇- bis C₁₀-Divinylverbindungen, durch die Polypropylenpartikel aus der Gasphase, bevorzugt in kontinuierlichen Durchflußmischern als kontinuierliche Gas-Feststoff-Absorber, bei einer Temperatur T von 20°C bis 120°C, vorzugsweise von 60 bis 100°C, und einer mittleren Sorptionszeit von τ_s von 10s bis 1000 s, bevorzugt 60 s bis 600 s, sorbiert worden sind, wobei in den Polypropylenpartikeln der Anteil der bifunktionell ungesättigten Monomeren 0,01 bis 10 Masse%, bevorzugt 0,05 bis 2 Masse%, bezogen auf die eingesetzten Polypropylene, beträgt, nachfolgend

3) die Polypropylenpartikel, in denen die Acylperoxide, Alkylperoxide, Hydroperoxide, Peroxycarbonate und/oder Perester als thermisch zerfallende Radikalbildner und die bifunktionell ungesättigten Monomere sorbiert worden sind, unter einer Atmosphäre aus Inertgas und diesen leichtflüchtigen bifunktionellen Monomeren bei 110°C bis 210°C in kontinuierlich arbeitenden Knetern oder Extrudern, vorzugsweise in Doppelschneckenextrudern, aufgeschmolzen worden sind und die thermisch zerfallenden Radikalbildner dabei zersetzt worden sind,

4) die Schmelze danach auf 220°C bis 300°C erwärmt worden ist, wobei nichtumgesetzte Monomere und Zerfallsprodukte entfernt worden sind, und

5) die Schmelze in an sich bekannter Weise granuliert worden ist, und bei dem vor dem Verfahrensschritt 1) und/oder 5) und /oder vor bzw. während des Verfahrensschrittes 3) und/oder 4) als weitere Hilfsstoffe 0,01 bis 2,5 Masse% Stabilisatoren, 0,1 bis 1 Masse% Antistatika, 0,2 bis 3 Masse% Pigmente, 0,05 bis 1 Masse% Nukleierungsmittel und/oder 0,01 bis 5 Masse% Verarbeitungshilfsmittel, bezogen auf das eingesetzte Polypropylen, zugesetzt worden sind.

Die für die Herstellung dieses bevorzugten modifizierten Propylenpolymeren A) eingesetzten Polypropylene bestehen insbesondere aus Propylen-Homopolymeren und/oder Copolymeren aus Propylen und α -Olefinen mit 2 bis 18 C-Atomen sowie aus Mischungen der genannten Polypropylene. Besonders

bevorzugt werden Polypropylenpartikel aus Polypropylenen mit bimodaler Molmassenverteilung, die in einer Reaktorkaskade unter Einsatz von Ziegler-Natta-Katalysatoren oder Metallocenkatalysatoren hergestellt wurden, mit Molmassen-Gewichtsmitteln M_w von 500000 bis 1500000 g/mol, Molmassen-Zahlenmitteln M_n von 25000 bis 100000 g/mol und M_w / M_n -Werten von 5 bis 60, bevorzugt mit Molmassen-Gewichtsmitteln M_w von 600000 bis 1000000 g/mol, Molmassen-Zahlenmitteln M_n von 30000 bis 100000 g/mol und M_w / M_n -Werten von 15 bis 35.

Beispiele für die bei der Herstellung dieses bevorzugten modifizierten Propylenpolymeren A) eingesetzten thermisch zerfallenden Radikalbildner sind :

- Acylperoxide wie Benzoylperoxid, 4-Chlorbenzoylperoxid, 3-Methoxybenzoylperoxid und/oder Methylbenzoylperoxid;
- Alkylperoxide wie Allyl-tert.butylperoxid, 2,2-Bis(tert.butylperoxybutan), 1,1-Bis-(tert.butylperoxy)-3,3,5-trimethylcyclohexan, n-Butyl-4,4-bis(tert.butylperoxy)valerat, Diisopropylaminomethyl-tert.amylperoxid, Dimethylaminomethyl-tert.amylperoxid, Diethylaminomethyl-tert.butylperoxid, Dimethylaminomethyl-tert.butylperoxid, 1.1-Di(tert.amylperoxy)cyclohexan, tert.Amylperoxid, tert.Butylcumylperoxid, tert.Butylperoxid, und/oder 1-Hydroxybutyl-n-butylperoxid;
- Perester und Peroxycarbonate wie Butylperacetat, Cumylperacetat, Cumylperpropionat, Cyclohexylperacetat, Di-tert.butylperadipat, Di-tert.butylperazelat, Di-tert.butylperglutarat, Di-tert.butylperphthalat, Di-tert.butylpersebazat, 4-Nitrocumylperpropionat, 1-Phenylethylperbenzoat, Phenylethylnitroperbenzoat, tert.Butylbicyclo-(2,2,1)heptanpercarboxylat, tert.Butyl-4-carbomethoxyperbutyrat, tert.Butylcyclobutanpercarboxylat, tert.Butylcyclohexylperoxycarboxylat, tert.Butylcyclopentylpercarboxylat, tert.Butylcyclopropanpercarboxylat, tert.Butyldimethylpercinnamat, tert.Butyl-2-(2,2-diphenylvinyl)perbenzoat, tert. Butyl-4-methoxyperbenzoat, tert.Butylperbenzoat, tert. Butylcarboxycyclohexan, tert. Butylpernapththoat, tert. Butylperoxiisopropylcarbonat, tert. Butylpertoluat, tert. Butyl-1-phenylcyclopropylpercarboxylat, tert. Butyl-2-propylperpenten-2-oat, tert. Butyl-1-methylcyclopropylpercarboxylat, tert. Butyl-4-nitrophenylperacetat, tert. Butylnitrophenylperoxycarbamat, tert. Butyl-N-succinimidopercarborylat, tert. Butylpercrotonat, tert. Butylpermaleinsäure, tert. Butylpermethacrylat, tert. Butylperoctoat, tert. Butylperoxyisopropylcarbonat, tert. Butylperisobutytrat, tert. Butylperacrylat und/oder tert. Butylperpropionat;

Mit Vorteil werden ebenfalls Mischungen dieser thermisch zerfallenden Radikalbildner bei der Herstel-

lung dieses bevorzugten modifizierten Propylenpolymeren A) eingesetzt.

Bei der Herstellung dieses bevorzugten modifizierten Propylenpolymeren A), die in den erfindungsgemäßen Polyolefinfasern, Polyolefingarnen und daraus hergestellten textilen Flächengebilden gegebenenfalls enthalten sind, können als bifunktionell ungesättigte Monomere alle aus Gasphase sorbierbaren bifunktionell ungesättigten monomeren Verbindungen eingesetzt werden, die mit Hilfe von freien Radikalen polymerisierbar sind. Bevorzugt angewandt werden folgende bifunktionell ungesättigten Monomere:

- Divinylverbindungen wie Divinylanilin, m-Divinylbenzenen, p-Divinylbenzenen, Divinylpentan und/oder Divinylpropan;
- Allylverbindungen wie Allylacrylat, Allylmethacrylat, Allylmethylmaleat und/oder Allylvinylether;
- Diene wie Butadien, Chloropren, Cyclohexadien, Cyclopentadien, 2,3-Dimethylbutadien, Heptadien, Hexadien, Isopren, und/oder 1,4-Pentadien ;

Mit Vorteil werden ebenfalls Mischungen dieser ungesättigten Monomeren bei der Herstellung dieses bevorzugten modifizierten Propylenpolymeren A) eingesetzt.

Die Sorption dieser leichtflüchtigen bifunktionell ungesättigten Monomeren erfolgt bei der Herstellung dieses bevorzugten modifizierten Propylenpolymeren A) erfindungsgemäß insbesondere in kontinuierlichen Durchflußmischern als kontinuierliche Gas-Feststoff-Absorber.

Bei der Herstellung dieser bevorzugten Variante der modifizierten Propylenpolymeren A) erfolgt die Erwärmung und das Aufschmelzen der Polypropylenpartikel, in denen die Acylperoxide, Alkylperoxide, Hydroperoxide und/oder Perester als thermisch zerfallende Radikalbildner und die bifunktionell ungesättigten Monomere sorbiert sind, unter einer Atmosphäre von leichtflüchtigen bifunktionell ungesättigten Monomeren bevorzugt in kontinuierlich arbeitenden Knetern oder Extrudern, vorzugsweise in Doppelschneckenextrudern.

Die als nichtmodifizierte Propylenpolymere B) in den in den Polyolefinfasern und Polyolefingarnen und daraus hergestellten textilen Flächengebilden gegebenenfalls enthaltenen üblichen Propylenpolymeren 1) bestehen bevorzugt aus Propylen-Homopolymeren mit einem M_w/M_n -Verhältnis von 2 bis 4,5 und/oder Copolymeren aus Propylen und α -Olefinen mit 2 bis 18 C-Atomen sowie aus Mischungen der genannten Polypropylene.

Die als nichtmodifizierte Propylenpolymere B) in den Polyolefinfasern und Polyolefingarnen und daraus hergestellten textilen Flächengebilden gegebenenfalls als Komponente 2) enthaltenen Polyolefinmischung aus

kristallinen Copolymeren und elastischen Copolymeren sind beispielsweise die in EP 400333 oder EP 472946 beschriebenen Polymermischungen.

Die als nichtmodifizierte Propylenpolymere B) in den Polyolefinfasern und Polyolefingarnen und daraus hergestellten textilen Flächengebilden gegebenenfalls als Komponente 3) enthaltenen amorphen Polypropylene sind insbesondere Stereoblock-Polypropylene, die beispielsweise unter Anwendung hochaktiver, Metall-oxidifizierter Ziegler-Natta-Katalysatoren [Collette, J., *Macromolecules* 22 (1989), 3851-3858; DE 2830160] oder löslicher Ziegler-Natta-Katalysatoren [de Candia, F., *Makromol. Chem.* 189 (1988), 815-821], gegebenenfalls unter nachfolgender Reaktivmodifizierung (EP 636863) und/oder Degradation (EP 640 850), hergestellt werden.

Die als nichtmodifizierte Propylenpolymere B) in den Polyolefinfasern und Polyolefingarnen und daraus hergestellten textilen Flächengebilden gegebenenfalls als Komponente 4) enthaltenen nichtisotaktischen Propylen-Homopolymere sind insbesondere elastomere hochmolekulare Propylenhomopolymere, beispielsweise die in EP 475 307 oder EP 475 308 beschriebenen Produkte.

Besonders bevorzugt werden als nichtmodifizierte Propylenpolymere B) in den Polyolefinfasern und Polyolefingarnen und daraus hergestellten textilen Flächengebilden Polyolefinmischungen, die gleichzeitig mehrere der nichtmodifizierten Polyolefin-Komponenten 1) bis 4) enthalten.

Die in den in den Polyolefinfasern und Polyolefingarnen hoher Festigkeit und Dehnung und daraus hergestellten textilen Flächengebilden gegebenenfalls enthaltenen Hilfsstoffe sind bevorzugt 0,01 bis 2,5 Masse% Stabilisatoren, 0,1 bis 1 Masse% Antistatika, 0,2 bis 3 Masse% Pigmente , 0,05 bis 1 Masse% Nukleierungsmittel und/oder 0,01 bis 1 Masse% Verarbeitungshilfsmittel. Diese Hilfsstoffe können bereits in den bei der Schmelzeverarbeitung eingesetzten Komponenten A) und/oder B) enthalten sein oder zusätzlich diesen Komponenten zugefügt werden.

Als Stabilisatoren werden bevorzugt Mischungen aus 0,01 bis 0,6 Masse% phenolischen Antioxidantien, 0,01 bis 0,6 Masse% 3-Arylbenzofuranonen, 0,01 bis 0,6 Masse% Verarbeitungsstabilisatoren auf Basis von Phosphiten , 0,01 bis 0,6 Masse% Hochtemperaturstabilisatoren auf Basis von Disulfiden und Thioäthern und/oder 0,01 bis 0,8 Masse% sterisch gehinderten Aminen (HALS) eingesetzt .

Geeignete phenolische Antioxidantien sind 2-tert. Butyl-4,6-dimethylphenol, 2,6-Di-tert.butyl-4-methylphenol, 2,6-Di-tert.butyl-4-isoamylphenol, 2,6-Di-tert.butyl-4-ethylphenol, 2-tert. Butyl-4,6-diisopropylphenol, 2,6-Dicyclopentyl-4-methylphenol, 2,6-Di-tert.-butyl-4-methoxymethylphenol, 2-tert. Butyl-4,6-di-octadecylphenol, 2,5-Di-tert.butylhydrochinon, 2,6-Di-tert.butyl-4,4-hexadecyloxyphenol, 2,2'-Methylen-bis(6-tert.butyl-4-methylphenol), 4,4'-Thio-bis-(6-tert.butyl-2-

methylphenol), 3(3,5-Di-tert.butyl - 4-hydroxyphenyl)propionsäureoctadecylester, 1,3,5-Trimethyl-2,4,6-tris(3',5'-di-tert.butyl-4-hydroxybenzyl)benzen und/oder Pentaerythritol-tetrakis[3-(3,5-di-tert.butyl-4-hydroxyphenyl)]propionat.

5

Als Benzofuranonderivat ist insbesondere 5,7-Di-tert.butyl-3-(3,4-di-methylphenyl)-3H-benzofuran-2-on geeignet.

Als HALS-Verbindungen sind Bis-2,2,6,6 tetramethyl-4-piperidylsebazat und/oder Poly-([1,1,3,3,-tetramethylbutyl)-imino]-1,3,5-triazin-2,4,diyl)[2,2,6,6-tetramethylpiperidyl)-amino]-hexamethylen-4-(2,2,6,6-tetra-methyl)piperidyl)-imino] besonders geeignet.

10

Als Verarbeitungshilfsmittel können Calciumstearat, Magnesiumstearat und/oder Wachse eingesetzt werden.

15

Die Polyolefinfasern und Polyolefingarne hoher Festigkeit und Dehnung, insbesondere nichtnachverstreckte Polyolefinfasern und Polyolefingarne mit Kapillartitern von 1 bis 10 dtex und Zugdehnungen über 130% bei Zugfestigkeiten von mindestens 15 cN/tex, und daraus hergestellte textile Flächegebilde werden nach einem Verfahren durch Verarbeitung von Polypropylenmischungen in bekannten Schmelzspinnanlagen aus Plastifizierextruder, Spinnpumpe, Schmelzeverteiler, Spinndüsen, Blasschacht und Nachfolgeeinrichtungen mit den Verfahrensschritten

20

25

- Aufschmelzen bei Masstemperaturen von 185 bis 310°C,
- Überführung der Schmelze mittels Schmelzpumpe zu den Spinndüsen,
- Extrusion in den Blasschacht,
- Abzug als Fäden und Weiterverarbeitung in Nachfolgeeinrichtungen hergestellt, wobei erfindungsge-
mäß

30

35

entweder Polypropylenmischungen eingesetzt werden, die einerseits aus

40

A) 0,05 bis 10 Masse%, vorzugsweise 0,2 bis 3 Masse%, modifizierten Propylenpolymeren mit Schmelzindices von 0,1 bis 50 g/10 min bei 230°C/2,16 kg, bevorzugt 1 bis 40 g/10 min bei 230°C/2,16 kg, und einem Quotienten aus der Grenzviscosität des modifizierten Polypropylens und der Grenzviscosität des nichtmodifizierten Polypropylens mit weitgehend gleichem Molmassen-Gewichtsmittel von 0,20 bis 0,95, die

45

50

a) durch Behandlung von Propylen-Homopolymeren und/oder Copolymeren aus Propylen und Ethylen bzw. α -Olefinen mit 4 bis 18 C-Atomen sowie von Mischungen der genannten Polypropylene mit multifunktionell ethylenisch ungesättigten Monomeren in Gegenwart ionisierender Strahlung bzw. thermisch zerfallenden Radikalbildnern, oder

55

b) durch Umsetzung von funktionalisierten Polypropylenen, bevorzugt von Säure- und/oder Säureanhydridgruppen enthaltenden Polypropylenen, mit multifunktionellen Verbindungen entgegengesetzter Reaktivität, bevorzugt mit C₂- bis C₁₆-Diaminen und/ oder C₂- bis C₁₆-Diolen, oder

c) durch hydrolytische Kondensation von Polypropylenen, die hydrolysierbare Silangruppen enthalten,

hergestellt worden sind, und andererseits aus

B) 99,95 bis 90 Masse%, vorzugsweise 99,8 bis 97 Masse%, nichtmodifizierten Propylenpolymeren, wobei die nichtmodifizierten Propylenpolymere aus

1) üblichen Propylenpolymeren, bevorzugt unter Anwendung von Ziegler-Natta-Katalysatoren oder Metallocenkatalysatoren hergestellten Propylenhomopolymeren und/oder Copolymeren aus Propylen, Ethylen und/oder α -Olefinen mit 4 bis 18 C-Atomen mit einem Propylengehalt von 80,0 bis 99,9 Masse% in Form von statistischen Copolymeren, Blockcopolymeren und/oder statistischen Blockcopolymeren, mit Schmelzindices von 0,1 bis 300 g/10 min bei 230°C/2,16 kg, bevorzugt 1 bis 100 g/10 min bei 230°C/ 2,16 kg, die in den Polypropylenmischungen zur Herstellung der Polyolefinfasern und Polyolefingarne und daraus hergestellten textilen Flächegebilden bis 99 Masse%, bevorzugt 50 bis 99 Masse%, enthalten sein können, und/oder

2) einer Polyolefinmischung mit einem M_w/M_n-Verhältnis von 2 bis 6 und einem Schmelzindex von 1 bis 40 g/10 min bei 230°C/2,16 kp, die aus

2.1) 60 bis 98 Masse% eines kristallinen Copolymeren aus 85 bis 99,5 Masse% Propylen und 15 bis 0,5 Masse% Ethylen und/oder einem α -Olefin der allgemeinen Formel CH₂=CHR, wobei R ein linearer oder verzweigter Alkylrest mit 2 bis 8 Kohlenstoffatomen ist,

2.2) 2 bis 40 Masse% eines elastischen Copolymeren aus 20 bis 70 Masse% Ethylen und 80 bis 30 Masse% Propylen und/oder einem α -Olefin der allgemeinen Formel CH₂=CHR, wobei R ein linearer oder verzweigter Alkylrest mit 2 bis 8 Kohlenstoffatomen ist, besteht,

wobei die Polyolefinmischung in den Polypropylenmischungen zur Herstellung der Polyole-

finfasern und Polyolefingarne und daraus hergestellten textilen Flächengebilden bis 99 Masse%, bevorzugt 10 bis 80 Masse%, enthalten sein kann, und/oder

3) weitgehend amorphen Polypropylenen oder Propylen-Copolymeren mit einem Anteil an kristallinem Polypropylen bzw. kristallinem Propylen-Copolymer unter 10 Masse%, einer Schmelzenthalpie unter 40 J/g und einem Schmelzindex von 0,1 bis 100 g/10 min bei 230°C/2, 16 kg, wobei das weitgehend amorphe Polypropylen ein Homopolymer des Propylens und/oder ein Copolymer des Propylens aus mindestens 80 Mol % Propylen und höchstens 20 Mol % eines oder mehrerer α -Olefine der allgemeinen Formel $\text{CH}_2=\text{CHR}$ ist, wobei R ein linearer oder verzweigter Alkylrest mit 2 bis 8 Kohlenstoffatomen ist, die in den Polypropylenmischungen zur Herstellung der Polyolefinfasern und Polyolefingarne und daraus hergestellten textilen Flächengebilden bis 50 Masse% enthalten sein können, und/oder

4) nichtisotaktischen Propylen-Homopolymeren mit einem Schmelzpunkt von 145 bis 165°C, einer Schmelzviskosität über 200000 cps bei 190°C, einer Kristallisationswärme von 4 bis 10 cal/g und einem löslichen Anteil in Diethylether von 35 Masse% bis 55 Masse%, die in den Polypropylenmischungen zur Herstellung der Polyolefinfasern und Polyolefingarne und daraus hergestellten textilen Flächengebilde bis 50 Masse% enthalten sein können,

bestehen,

oder Polypropylenmischungen eingesetzt werden, die nur aus nichtmodifizierten Propylenpolymeren B) bestehen, wobei die Komponenten 3) und/oder 4) in Anteilen von 5 bis 50 Masse% und die verbleibenden Komponenten in den Polypropylenmischungen zur Herstellung der Polyolefinfasern und Polyolefingarne und daraus hergestellten textilen Flächengebilde in Anteilen von 95 bis 50 Masse% enthalten sind,

und wobei weiterhin den Polypropylenmischungen zur Herstellung der Polyolefinfasern und Polyolefingarne und daraus hergestellten textilen Flächengebilden 0,01 bis 5 Masse% Hilfsstoffe, bezogen auf die Polyolefine, zugesetzt werden können.

Als Plastifizierextruder sind für das Aufschmelzen der Mischungen insbesondere Einschneckenextruder oder Doppelschneckenextruder mit Schneckenlängen von 28 bis 30 D, bevorzugt mit angeflanschten statischen oder dynamischen Mischern, geeignet. Durch Temperaturführung und Drehzahl werden Scherge-

schwindigkeiten von 10^2s^{-1} bis 10^3s^{-1} eingestellt.

Zur gleichmäßigen Schmelzedosierung der im Plastifizierextruder aufgeschmolzenen Mischung über den Schmelzeverteiler zum Kapillarwerkzeug werden bevorzugt Diphenyl-beheizte Schmelzepumpen für die auf 240-310°C erhitzten Schmelzen eingesetzt.

Für die Herstellung von Stapelfasern aus den Polypropylenmischungen werden die Fasern erfindungsgemäß mit Hilfe schnellaufender Galetten abgezogen und in Nachfolgeeinrichtungen aus Reckeinheit, Crimper, Fixiereinheit und Schneidmaschine durch Recken, Kräuselung und Schneiden weiterverarbeitet, wobei in Kurtspinnanlagen (Langsam-Spinnen) bei Düsenlochzahlen von 2000 bis 70000 Loch/Düse die Fadenabzugsgeschwindigkeiten auf 60 bis 250 m/min und in Langspinnanlagen (konventionelle Hochgeschwindigkeitsspinnanlagen) bei Düsenlochzahlen von 800 bis 3500 Loch/Düse die Fadenabzugsgeschwindigkeiten auf 350 bis 4000 m/min eingestellt werden.

Bei Kurzspinnanlagen erfolgt die Kräuselung in einer Stauchkammer, bei Langspinnanlagen über Crimper, dabei ist die Kräuselung zweidimensional.

Bei Langspinnanlagen, die bevorzugt für feinere Titer geeignet sind, sind die Verarbeitung der Polypropylenmischungen zu Fasern und die Weiterverarbeitung zu Stapelfasern in der Reckstrasse als Nachfolgeeinrichtung getrennte Prozesse. Die extrudierten Fäden werden zunächst zu Faserkabeln zusammengeführt und in Kannen abgelegt, bevor die Weiterverarbeitung in der Reckstraße erfolgt.

Für die Herstellung dreidimensional gekräuselter Garne vom „Bulked Continuous Filament“-Typ mit Titern von 300 bis 4000 dtex werden die Fasern aus den Polypropylenmischungen erfindungsgemäß mit Hilfe schnellaufender Galetten abgezogen in Nachfolgeeinrichtungen aus Reckeinrichtung, Heißluft-Texturierungskammer, Relaxiereinrichtung, Tangleinrichtung und Wickler durch Recken, Heißlufttexturierung, Kräuselung und Tangelung bei Fadenabzugsgeschwindigkeiten von 1000 bis 4000 m/min weiterverarbeitet. Die Tangelung erspart einen separaten Zwirnprozeß.

Für die Herstellung hochfester Filamentgarne vom „Fully drawn Yarn“-Typ mit Festigkeitswerten bis 10 cN/dtex, Gesamtitern von 40 bis 3000 dtex und Kapillartitern von 3 bis 14 dtex werden die Fäden aus den Polypropylenmischungen erfindungsgemäß mit Hilfe schnellaufender Galetten abgezogen in Nachfolgeeinrichtungen aus Reckeinrichtung und Wickler weiterverarbeitet, wobei in Kurzspinnanlagen die Fadenabzugsgeschwindigkeiten auf 60 bis 450 m/min und in Langspinnanlagen die Fadenabzugsgeschwindigkeiten auf 350 bis 4000 m/min eingestellt werden.

Für die Herstellung von Multifilamentgarnen werden die Fäden aus den Polypropylenmischungen erfindungsgemäß in Nachfolgeeinrichtungen aus Verkabler und Wickler weiterverarbeitet.

Filament-Garne vom „Pre-orientated-Yarn“-Typ („Vororientiertem Garn“-Typ) mit Kapillartitern von 2 bis

6 dtex und Gesamttitern bis 500 dtex werden erfindungsgemäß durch Weiterverarbeitung der Fasern aus den Polypropylenmischungen in Nachfolgeeinrichtungen aus Umlenkssystem und Wickler und gegebenenfalls zwischengeschalteter Galetten bei Fadenabzugsgeschwindigkeiten von 1000 bis 5000 m/min hergestellt.

Textile Flächengebilde in Form von Vliesstoffen werden erfindungsgemäß nach Abzug der Fasern aus den Polypropylenmischungen im Blasschacht mittels Luft durch Weiterverarbeitung der Fäden zu Spinnvliesen in Nachfolgeeinrichtungen aus Siebtransportband, Kalandrier- bzw. Vernadelungseinrichtung und Wickler durch flächiges ungeordnetes Ablegen der Fasern auf dem siebförmigen Transportband und Applikation von Thermobondier- oder Vernadelungsprozessen zur Erzielung der erforderlichen Festigkeit und Dimensionsstabilität hergestellt. Gegenüber Stapelfaservliesen besitzen diese Spinnvliese ein bedeutend günstigeres längs/quer - Festigkeitsverhältnis.

Eine spezielle Variante der Vliesherstellung bildet erfindungsgemäß die Applizierung eines hochoverhitzten Luftstroms um die Kapillardüsenöffnungen bei der Extrusion der Fasern aus den Polypropylenmischungen aus dem Kapillarwerkzeug in den Blasschacht. Der Luftstrom verstreckt den geschmolzenen Faden aus der Polyolefinmischung unter gleichzeitiger Zerteilung in viele Einzelfäserchen mit Faserdurchmessern von 0,5 bis 12 µm. Die Weiterverarbeitung der auf dem Siebtransportband abgelegten Fasern erfolgt analog der Spinnvliesherstellung. Von besonderer Bedeutung bei dieser Schmelzblasvariante der Vliesherstellung aus den Polyolefin-Mischungen ist das Temperatur- und Schergeschwindigkeitsprofil der Schmelzverarbeitungseinrichtung, das so eingestellt werden muß, daß die Schmelze einer degradativen Viscositätserniedrigung auf einen Schmelzindex über 150g/10 min bei 230°C/2, 16 kp unterzogen wird.

Für die Herstellung von nichtnachverstreckten Polyolefinfasern und Polyolefingarnen wird das erfindungsgemäße Verfahren beispielhaft durch ein Verfahrensschema entsprechend Zeichnung 1 erläutert. Die Bezugszeichen haben dabei folgende Bedeutung :

- 1 Extruder
- 2 Spinnpumpe
- 3 Spinndüsen
- 4 Blasschacht
- 5 Abzugseinrichtung
- 6 Wickler

Als Extruder (1) zum Aufschmelzen der Polyolefinmischungen werden bevorzugt Einschnellenstruder mit hoher Homogenisierungswirkung mit Schneckenlängen von 28 bis 36 D , bevorzugt mit angeflanschten statischen oder dynamischen Mischern, eingesetzt.

Bevorzugte Dimensionierungen der Spinndüsen (3)

sind Spinndüsen mit Innendurchmessern von 0,35 bis 1,5 mm.

In der Abzugseinrichtung (5) kann der Abzug direkt über den Wickler (6) oder unter Zwischenschaltung schnellaufender Galetten erfolgen. Bevorzugte Abzugsgeschwindigkeiten für Kapillartiter von 2,5 bis 5 dtex sind 2500 bis 3500 m/min.

Bevorzugte Anwendungsgebiete der erfindungsgemäßen Polyolefinfasern, Polyolefingarne und daraus hergestellten textilen Flächengebilde sind :

- mehrschichtige Textilien, bevorzugt in Kombination mit Naturfasern, mit hohem Tragekomfort und Wärmerückhaltevermögen, insbesondere für Trikotagen, Sport- und Freizeitbekleidung,
- Strickwaren mit hohem Wärmerückhaltevermögen,
- hochfeste technische Gewebe hoher Scheuerfestigkeit und Dimensionsstabilität im Naßzustand, bevorzugt in Form von Tauwerken, Gurten und Filtergeweben,
- Heimtextilien wie Teppichböden hoher Pflegeleichtigkeit und geringer elektrostatischer Aufladbarkeit sowie Möbelbezugsstoffe, insbesondere für Gartenmöbel,
- Vliesstoffe im Medizin- und Hygienebereich wie OP-Kittel und Windelhüllen,
- Geotextilvliese für Straßen- und Eisenbahnbau und zur Baustellenbefestigung,
- Vliesbänder zur Beseitigung von Ölhavarien,
- elastische Hygieneartikel.

Die Erfindung wird durch nachfolgende Beispiele erläutert :

Beispiel 1

In einer Spinnanlage nach Zeichnung 1 wird eine Polyolefinmischung, die aus 99 Masse% eines nichtmodifizierten Polypropylen-Homopolymers (Schmelzindex 18,2 g/10 min bei 230°C/2,16 kg), 1 Masse% eines modifizierten Polypropylens (Schmelzindex 5,5 g/10 min bei 230°C/2,16 kg, Quotient aus der Grenzviskosität (in Decalin bei 135°C) des modifizierten Polypropylens und der Grenzviskosität des nichtmodifizierten Polypropylens mit weitgehend gleichem Molmassen-Gewichtsmittel 0,74), 0,25 Masse% 2-tert. Butyl-4,6-diisopropylphenol, 0,2 Masse% Bis - 2,2,6,6 - tetramethyl-4-piperidylsebazat und 0,2 Masse% Calciumstearat (Hilfsstoffe jeweils bezogen auf die Summe der Propylenpolymeren) bei einer Massetemperatur von 275°C im Extruder aufgeschmolzen. Die Schmelze wird mit der Spinnpumpe zu den Spinndüsen überführt und bei einer Temperatur der Spinndüsen von 292°C durch den Blasschacht, der mit komprimierter Luft einer Temperatur von 20°C gekühlt wird, mit einer Abzugsgeschwindigkeit von 3000 m/min durch schnellaufende Galetten abgezogen und aufgewickelt.

Das resultierende nichtverstreckte Polypropylen-

garn besitzt einen Gesamttiter von 252 dTex, eine Zugfestigkeit von 19,5 cN/tex und eine Zugdehnung von 202 %.

Beispiel 2

In einer Spinnanlage nach Zeichnung 1 wird eine Polyolefinmischung, die aus 89 Masse% eines nichtmodifizierten Polypropylen-Homopolymers (Schmelzindex 18,2 g/10 min bei 230°C/2,16 kg), 10 Masse% eines nichtmodifizierten heterophasischen statistischen Propylen-Ethylen-Blockcopolymers (Ethylengehalt 33 Mol%, Schmelzindex 8 g/10 min bei 230°C/2,16 kg), 1 Masse% eines modifizierten Polypropylens (Schmelzindex 5,5 g/10 min bei 230°C/2,16 kg, Quotient aus der Grenzviskosität (in Decalin bei 135°C) des modifizierten Polypropylens und der Grenzviskosität des nichtmodifizierten Polypropylens mit weitgehend gleichem Molmassen-Gewichtsmittel 0,74), 0,25 Masse% 2-tert. Butyl-4,6-diisopropylphenol, 0,25 Masse% Bis - 2,2,6,6 - tetramethyl-4-piperidylsebazat und 0,1 Masse% Magnesiumstearat (Hilfsstoffe jeweils bezogen auf die Summe der Propylenpolymeren) bei einer Massetemperatur von 275°C im Extruder aufgeschmolzen. Die Schmelze wird mit der Spinnpumpe zu den Spinn Düsen überführt und bei einer Temperatur der Spinn Düsen von 275°C durch den Blasschacht, der mit komprimierter Luft einer Temperatur von 20°C gekühlt wird, mit einer Abzugsgeschwindigkeit von 3000 m/min durch schnelllaufende Galetten abgezogen und aufgewickelt.

Das resultierende nichtverstreckte Polypropylen-garn besitzt einen Gesamttiter von 253 dTex, eine Zugfestigkeit von 18,5 cN/tex und eine Zugdehnung von 195 %.

Beispiel 3 (Vergleichsbeispiel)

In einer Spinnanlage nach Zeichnung 1 wird ein Polypropylencompound, das aus 100 Masse% eines nichtmodifizierten Polypropylen-Homopolymers (Schmelzindex 18,2 g/10 min bei 230°C/2,16 kg), 0,2 Masse% Pentaerythritol-tetrakis[3-(3,5-di-tert. butyl-4-hydroxyphenyl)]propionat, 0,2 Masse% Bis - 2,2,6,6 tetramethyl-4-piperidylsebazat und 0,2 Masse% Magnesiumstearat (Hilfsstoffe jeweils bezogen auf das Polypropylen-Homopolymer) bei einer Massetemperatur von 280°C im Extruder aufgeschmolzen. Die Schmelze wird mit der Spinnpumpe zu den Spinn Düsen überführt und bei einer Temperatur der Spinn Düsen von 290°C durch den Blasschacht, der mit komprimierter Luft einer Temperatur von 20°C gekühlt wird, mit einer Abzugsgeschwindigkeit von 3000 m/min durch schnelllaufende Galetten abgezogen und aufgewickelt.

Das resultierende nichtverstreckte Polypropylen-garn besitzt einen Gesamttiter von 254 dtex, eine Zugfestigkeit von 23,7 cN/tex und eine Zugdehnung von 124%.

Beispiel 4:

Herstellung des modifizierten Propylenpolymeren :
In einen kontinuierlichen beheizbaren Durchlaufmischer wird ein pulverförmiges Polypropylen-Homopolymer (Schmelzindex von 0,2 g/10 min bei 230°C/2,16 kp, mittlerer Partikeldurchmesser 0,55 mm) kontinuierlich dosiert. Weiterhin werden in den Durchlaufmischer 0,1 Gew.% Calciumstearat und 0,09 Gew.% Bis(tert.butylperoxy)-2,5-dimethylhexan, jeweils bezogen auf das Polypropylen-Homopolymer, kontinuierlich dosiert. Unter homogener Durchmischung bei 45°C wird das mit thermisch zerfallendem Radikalbildner und Hilfsstoff beladene Polypropylen-Homopolymer bei einer Verweilzeit von 6 min bei 45°C durch ein Butadien-Stickstoff-Gemisch mit 1,1 Gew.% Butadien, bezogen auf das Polypropylen-Homopolymer, sorptiv beladen. Nach Überführung in einen Doppelschneckenextruder wird das pulverförmige Reaktionsgemisch in Kontakt mit dem eindosierten Butadien-Stickstoff-Gemisch unter Zusatz von 0,1 Masse% Irganox 1010 und 0,1 Masse% Irgaphos 168 bei einer Massetemperatur von 235°C aufgeschmolzen, nach einer Grobentgasung unter Eindosierung von Wasser als Schleppmittel einer Feinentgasung unterzogen, ausgetragen und granuliert.

Das resultierende modifizierte Polypropylen besitzt einen IR-spektroskopisch ermittelten Gehalt an gebundenem Butadien von 1,0 Gew.% und einen Schmelzindex von 0,85 g/10 min bei 230°C/2,16 kp.

Verarbeitung der Polyolefinmischung:

In einer Laborspinnanlage aus Plastifizierextruder, Schmelzepumpe, Kapillarwerkzeug, Blasschacht, Abzugseinrichtung und Wickler wird eine Polypropylenmischung, die aus 99 Masse% eines Polypropylen-Homopolymers (Schmelzindex 18,2 g/10 min bei 230°C/2,16 kg), 1 Masse% eines modifizierten Polypropylens (Schmelzindex von 0,85 g/10 min bei 230°C/2,16 kp, Gehalt an gebundenem Butadien 1,0 Gew.%), 0,25 Masse% 2-tert. Butyl-4,6-diisopropylphenol, 0,2 Masse% Bis - 2,2,6,6 - tetramethyl-4-piperidylsebazat und 0,2 Masse% Calciumstearat (Hilfsstoffe jeweils bezogen auf die Summe der Propylenpolymeren) bei einer Massetemperatur von 272°C im Extruder aufgeschmolzen. Die Schmelze wird mit der Schmelzepumpe zu den Spinn Düsen überführt und bei einer Temperatur der Spinn Düsen von 290°C durch den Blasschacht, der mit komprimierter Luft einer Temperatur von 20°C gekühlt wird, mit einer Abzugsgeschwindigkeit von 3000 m/min durch schnelllaufende Galetten abgezogen und aufgewickelt.

Das resultierende Filament-Garn vom „Pre-orientated-Yarn“-Typ besitzt einen Gesamttiter von 252 dtex, eine Zugfestigkeit von 19,5 cN/tex und eine Zugdehnung von 202 %.

Beispiel 5 (Vergleichsbeispiel)

In einer Laborspinnanlage nach Beispiel 1 wird ein

Polypropylencompound, das aus 100 Masse% eines nichtmodifizierten Polypropylen-Homopolymers (Schmelzindex 18,2 g/10 min bei 230°C/2,16 kg), 0,2 Masse% Pentaerythritol-tetrakis[3-(3,5-di-tert.butyl-4-hydroxy-phenyl)]propionat, 0,2 Masse% Bis - 2,2,6,6-tetramethyl-4-piperidylsebazat und 0,2 Masse% Magnesiumstearat (Hilfsstoffe jeweils bezogen auf das Polypropylen-Homopolymer) bei einer Massetemperatur von 275°C im Plastifizierextruder aufgeschmolzen. Die Schmelze wird mit der Schmelzepumpe zu den Spinndüsen überführt und bei einer Temperatur der Spinndüsen von 290°C durch den Blasschacht, der mit komprimierter Luft einer Temperatur von 20°C gekühlt wird, mit einer Abzugsgeschwindigkeit von 3000 m/min durch schnelllaufende Galetten abgezogen und aufgewickelt.

Das resultierende Filament-Garn vom „Pre-orientated-Yarn“-Typ besitzt einen Gesamttiter von 254 dtex, eine Zugfestigkeit von 23,7 cN/tex und eine Zugdehnung von 124%.

Beispiel 6

Herstellung des modifizierten Propylenpolymeren : In einen kontinuierlichen beheizbaren Durchlaufmischer ein pulverförmiges statistisches Polypropylen-Copolymer (Schmelzindex von 0,85 g/10 min bei 230°C/2,16 kp, mittlerer Partikeldurchmesser 0,85 mm) kontinuierlich dosiert. Weiterhin werden in den Durchlaufmischer 0,05 Gew.% Hydrotalcit, 0,05 Gew.% Calciumstearat und 0,45 Gew.% tert. Butylperoxybenzoat, jeweils bezogen auf das Polypropylen-Copolymer, kontinuierlich dosiert. Unter homogener Durchmischung bei 70°C wird das mit thermisch zerfallendem Radikalbildner und Hilfsstoff beladene Polypropylen-Homopolymer bei einer Verweilzeit von 4 min bei 70°C durch das einströmende Divinylbenzen-Stickstoff-Gemisch mit 0,35 Gew.% Divinylbenzen, bezogen auf das Polypropylen-Homopolymer, sorptiv beladen. Nach Überführung in den Doppelschneckenextruder wird das pulverförmige Reaktionsgemisch in Kontakt mit dem eindosierten Divinylbenzen-Stickstoff-Gemisch unter Zusatz von 0,1 Masse% Irganox 1010 und 0,1 Masse% Irgaphos 168 bei einer Massetemperatur von 225°C aufgeschmolzen, nach einer Grobentgasung unter Eindosierung von Wasser als Schleppmittel einer Feinentgasung unterzogen, ausgetragen und granuliert.

Das resultierende modifizierte Polypropylen-Copolymer besitzt einen IR-spektroskopisch ermittelten Gehalt an gebundenem Divinylbenzen von 0,32 Gew.% und einen Schmelzindex von 1,35 g/10 min bei 230°C/2,16 kp.

Verarbeitung der Polyolefinmischung :

In einer Hochgeschwindigkeits-Laborspinnanlage aus Plastifizierextruder, Schmelzepumpe, Kapillarwerkzeug, Blasschacht, Abzugseinrichtung und Ablagekanne wird eine Polypropylenmischung, die aus 89 Masse% eines Polypropylen-Homopolymers (Schmelzindex 18,2 g/10 min bei 230°C/2,16 kg), 10 Masse% eines Reaktorblends (Ethylengehalt 33 Mol%, Schmelzindex 8 g/10 min bei 230°C/2,16 kg), bestehend aus

einem kristallinen Propylen-Ethylen-Copolymeren und einem elastischen Ethylen-Propylen-Copolymeren, 1 Masse% eines modifizierten Polypropylens (Gehalt an gebundenem Divinylbenzen von 0,32 Masse %, Schmelzindex von 1,35 g/10 min bei 230°C/2,16 kp), 0,25 Masse% 2-tert. Butyl-4,6-diisopropylphenol, 0,25 Masse% Bis-2,2,6,6 - tetramethyl-4-piperidylsebazat und 0,1 Masse% Magnesiumstearat (Hilfsstoffe jeweils bezogen auf die Summe der Propylenpolymeren) bei einer Massetemperatur von 280°C im Extruder aufgeschmolzen. Die Schmelze wird mit der Schmelzepumpe zu den Spinndüsen überführt und bei einer Temperatur der Spinndüsen von 285°C durch den Blasschacht, der mit komprimierter Luft einer Temperatur von 20°C gekühlt wird, mit einer Abzugsgeschwindigkeit von 3000 m/min durch schnelllaufende Galetten abgezogen und in einer Kanne abgelegt.

Zur diskontinuierlichen Herstellung von Stapelfasern wird der abgelegte Polypropylenfaden in einer Labornachverarbeitungsstrecke aus Reckereinheit, Crimper und Schneidmaschine einer Verstreckung um 850% und zweidimensionaler Kräuselung unterzogen und in Segmente geschnitten. Ein nach der Reckereinheit entnommenes nichtgekräuselter Probenmuster (Fadendurchmesser 0,2 mm) besitzt eine Zugfestigkeit von 540 MPa und eine Dehnung von 46%.

Die Fasersegmente werden auf einem Laborkalender durch Thermobondierung zu einem Vliesstoff weiterverarbeitet, der ein Flächengewicht von 60 g/m² und ein längs/quer-Festigkeitsverhältnis von 2,6:1 besitzt.

Patentansprüche

1. Durch Schmelzeverarbeitung hergestellte Polyolefinfasern und Polyolefingarne hoher Festigkeit und Dehnung, insbesondere nichtnachverstreckte Polyolefinfasern und Polyolefingarne mit Kapillartitern von 1 bis 10 dtex und Zugdehnungen über 130% bei Zugfestigkeiten von mindestens 15 cN/tex, und daraus hergestellte textile Flächengebilde, dadurch gekennzeichnet, daß die Polyolefinfasern und Polyolefingarne und daraus hergestellte textile Flächengebilde entweder aus Polypropylenmischungen bestehen, die einerseits aus

A) 0,05 bis 10 Masse%, vorzugsweise 0,2 bis 3 Masse%, modifizierten Propylenpolymeren mit Schmelzindices von 0,1 bis 50 g/10 min bei 230°C/2,16 kg, bevorzugt 1 bis 40 g/10 min bei 230°C/2,16 kg, und einem Quotienten aus der Grenzviskosität des modifizierten Polypropylens und der Grenzviskosität des nichtmodifizierten Polypropylens mit weitgehend gleichem Molmassen-Gewichtsmittel von 0,20 bis 0,95, die

a) durch Behandlung von Propylen-Homo-

polymeren und/oder Copolymeren aus Propylen und Ethylen bzw. α -Olefinen mit 4 bis 18 C-Atomen sowie von Mischungen der genannten Polypropylene mit mehrfunktionell ethylenisch ungesättigten Monomeren in Gegenwart ionisierender Strahlung bzw. thermisch zerfallenden Radikalbildnern, oder

b) durch Umsetzung von funktionalisierten Polypropylenen, bevorzugt von Säure- und/oder Säureanhydridgruppen enthaltenden Polypropylenen, mit mehrfunktionellen Verbindungen entgegengesetzter Reaktivität, bevorzugt mit C_2 - bis C_{16} -Diaminen und/ oder C_2 -bis C_{16} -Diolen, oder

2. Durch Schmelzeverarbeitung hergestellte Polyolefinfasern und Polyolefingarne und daraus hergestellte textile Flächegebilde nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die durch Behandlung von Propylen-Homopolymeren und/oder Copolymeren aus Propylen und Ethylen bzw. α -Olefinen mit 4 bis 18 C-Atomen sowie von Mischungen der genannten Polypropylene mit mehrfunktionell ethylenisch ungesättigten Monomeren in Gegenwart von thermisch zerfallenden Radikalbildnern hergestellten modifizierten Propylenpolymere A) aus modifizierten Propylenpolymeren bestehen, die nach einem kontinuierlichen Verfahren hergestellt worden sind, bei dem

1) Polypropylenpartikel in Form von Pulvern, Granulaten oder Grieben mit einer bevorzugten Korngröße im Bereich von 0,001 bis 7 mm, die aus

1.1) Propylen-Homopolymeren, insbesondere aus Propylen-Homopolymeren mit bimodaler Molmassenverteilung, Molmassen-Gewichtsmitteln M_w von 500000 bis 1500000 g/mol, Molmassen-Zahlenmitteln M_n von 25000 bis 100000 g/mol und M_w / M_n -Werten von 5 bis 60, die in einer Reaktorkaskade unter Einsatz von Ziegler-Natta-Katalysatoren oder Metallocenkatalysatoren hergestellt wurden, und/oder aus

1.2) Copolymeren aus Propylen und α -Olefinen mit 2 bis 18 C-Atomen, bevorzugt aus statistischen Propylen-Copolymeren, Propylen-Blockcopolymeren, statistischen Propylen-Blockcopolymeren und/oder elastomeren Polypropylenen, oder aus Mischungen der genannten modifizierten Polypropylene, bestehen,

in einem kontinuierlichen Mischer mit 0,05 bis 3

Masse%, bezogen auf die eingesetzten Polypropylene, an Acylperoxiden, Alkylperoxiden, Hydroperoxiden Peroxycarbonaten und/oder Perestern als thermisch zerfallende Radikalbildner, deren thermischer Zerfall bevorzugt unterhalb 210°C abgeschlossen ist und die gegebenenfalls mit inerten Lösungsmitteln verdünnt sind, unter Erwärmung auf 30 bis 100°C, bevorzugt auf 70 bis 90°C, gemischt worden sind,

2) leichtflüchtige bifunktionelle Monomere, insbesondere C_4 - bis C_{10} -Diene und/oder C_7 - bis C_{10} -Divinylverbindungen, durch die Polypropylenpartikel aus der Gasphase, bevorzugt in kontinuierlichen Durchflußmischern als kontinuierliche Gas-Feststoff-Absorber, bei einer Temperatur T von 20°C bis 120°C, vorzugsweise von 60 bis 100°C, und einer mittleren Sorptionszeit von τ_s von 10s bis 1000 s, bevorzugt 60 s bis 600 s, sorbiert worden sind, wobei in den Polypropylenpartikeln der Anteil der bifunktionell ungesättigten Monomeren 0,01 bis 10 Masse%, bevorzugt 0,05 bis 2 Masse%, bezogen auf die eingesetzten Polypropylene, beträgt, nachfolgend

3) die Polypropylenpartikel, in denen die Acylperoxide, Alkylperoxide, Hydroperoxide, Peroxycarbonate und/oder Perester als thermisch zerfallende Radikalbildner und die bifunktionell ungesättigten Monomere sorbiert worden sind, unter einer Atmosphäre aus Inertgas und diesen leichtflüchtigen bifunktionellen Monomeren bei 110°C bis 210°C in kontinuierlich arbeitenden Knetern oder Extrudern, vorzugsweise in Doppelschneckenextrudern, aufgeschmolzen worden sind und die thermisch zerfallenden Radikalbildner dabei zersetzt worden sind,

4) die Schmelze danach auf 220°C bis 300°C erwärmt worden ist, wobei nichtumgesetzte Monomere und Zerfallsprodukte entfernt worden sind, und

5) die Schmelze in an sich bekannter Weise granuliert worden ist,

und bei dem vor dem Verfahrensschritt 1) und/oder 5) und /oder vor bzw. während des Verfahrensschrittes 3) und/oder 4) als weitere Hilfsstoffe 0,01 bis 2,5 Masse% Stabilisatoren, 0,1 bis 1 Masse% Antistatika, 0,2 bis 3 Masse% Pigmente, 0,05 bis 1 Masse% Nukleierungsmittel und/oder 0,01 bis 5 Masse% Verarbeitungshilfsmittel, bezogen auf das eingesetzte Polypropylen, zugesetzt worden sind.

3. Durch Schmelzeverarbeitung hergestellte Polyole-

finfasern und Polyolefingarne und daraus hergestellte textile Flächengebilde nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die nichtmodifizierten Propylenpolymere 1) aus Propylen-Homopolymeren mit einem M_w/M_n -Verhältnis von 2 bis 4,5 und/oder Copolymeren aus Propylen und α -Olefinen mit 2 bis 18 C-Atomen sowie aus Mischungen der genannten Polypropylene bestehen.

4. Durch Schmelzverarbeitung hergestellte Polyolefinfasern und Polyolefingarne und daraus hergestellte textile Flächengebilde nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die enthaltenen Hilfsstoffe 0,01 bis 1 Masse% Nukleierungsmittel, 0,01 bis 2,5 Masse% Stabilisatoren, 0,1 bis 1 Masse% Antistatika, 0,2 bis 3 Masse% Pigmente, 1 bis 4,5 Masse% Flamm-
schutzmittel und/oder 0,01 bis 1 Masse% Verarbeitungshilfsmittel, jeweils bezogen auf die Summe der Polyolefine, sind.

5. Verfahren zur Herstellung von Polyolefinfasern und Polyolefingarnen hoher Festigkeit und Dehnung, insbesondere von nichtnachverstreckten Polyolefinfasern und Polyolefingarnen mit Kapillartitern von 1 bis 10 dtex und Zugdehnungen über 130% bei Zugfestigkeiten von mindestens 15 cN/tex, und daraus hergestellten textilen Flächengebilden durch Verarbeitung von Polypropylenmischungen in bekannten Schmelzspinnanlagen aus Plastifizierextruder, Spinnpumpe, Schmelzeverteiler, Spinn-
düsen, Blasschacht und Nachfolgeeinrichtungen mit den Verfahrensschritten

- Aufschmelzen bei Massetemperaturen von 185 bis 310°C,
- Überführung der Schmelze mittels Schmelz-
pumpe zu den Spinn-
düsen,
- Extrusion in den Blasschacht,
- Abzug als Fäden und Weiterverarbeitung in
Nachfolgeeinrichtungen

dadurch gekennzeichnet, daß
entweder Polypropylenmischungen eingesetzt werden, die einerseits aus

A) 0,05 bis 10 Masse%, vorzugsweise 0,2 bis 3 Masse%, modifizierten Propylenpolymeren mit Schmelzindices von 0,1 bis 50 g/10 min bei 230°C/2,16 kg, bevorzugt 1 bis 40 g/10 min bei 230°C/2,16 kg, und einem Quotienten aus der Grenzviskosität des modifizierten Polypropy-
lens und der Grenzviskosität des nichtmodifi-
zierten Polypropylens mit weitgehend gleichem
Molmassen-Gewichtsmittel von 0,20 bis 0,95, die

a) durch Behandlung von Propylen-Homo-

polymeren und/oder Copolymeren aus Propylen und Ethylen bzw. α -Olefinen mit 4 bis 18 C-Atomen sowie von Mischungen der genannten Polypropylene mit mehrfunktionell ethylenisch ungesättigten Monomeren in Gegenwart ionisierender Strahlung bzw. thermisch zerfallenden Radikalbildnern, oder

b) durch Umsetzung von funktionalisierten Polypropylenen, bevorzugt von Säure- und/oder Säureanhydridgruppen enthaltenden Polypropylenen, mit mehrfunktionellen Verbindungen entgegengesetzter Reaktivität, bevorzugt mit C_2 - bis C_{16} -Diaminen und/oder C_2 -bis C_{16} -Diolen, oder
c) durch hydrolytische Kondensation von Polypropylenen, die hydrolysierbare Silan-
gruppen enthalten,

hergestellt worden sind,
und andererseits aus

B) 99,95 bis 90 Masse%, vorzugsweise 99,8 bis 97 Masse%, nichtmodifizierten Propylenpolymeren, wobei die nichtmodifizierten Propylenpolymere aus

1) üblichen Propylenpolymeren, bevorzugt unter Anwendung von Ziegler-Natta-Katalysatoren oder Metallocenkatalysatoren hergestellten Propylenhomopolymeren und/oder Copolymeren aus Propylen, Ethylen und/oder α -Olefinen mit 4 bis 18 C-Atomen mit einem Propylengehalt von 80,0 bis 99,9 Masse% in Form von

Zeichnung 1

