



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) **EP 0 987 353 A1**

(12) **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(43) Veröffentlichungstag:
22.03.2000 Patentblatt 2000/12

(51) Int. Cl.⁷: **D01F 6/92**

(21) Anmeldenummer: **99117671.0**

(22) Anmeldetag: **07.09.1999**

(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: **16.09.1998 DE 19842463**
27.07.1999 DE 19935145

(71) Anmelder: **INVENTA-FISCHER AG**
8002 Zürich (CH)

(72) Erfinder:
• **Schwarz, Raimund**
7418 Tomils (CH)
• **Stibal, Werner**
7000 Chur (CH)
• **Schütze, Gustav**
7014 Trin (CH)

(74) Vertreter: **Becker Kurig Straus**
Patentanwälte
Bavariastrasse 7
80336 München (DE)

(54) **Polyesterfasern und -filamente sowie Verfahren zu deren Herstellung**

(57) Die Erfindung betrifft Fasern bzw. Filamente aus überwiegend Polyethylterephthalat als fadenbildendem Polymer, die 0,1 bis 4 Gew.-%, bezogen auf das fadenbildende Polymer, Polymethylmethacrylat als weiteres Polymer, überwiegend in Form von stäbchenförmigen Einlagerungen, enthalten, wobei in den unorientierten Schmelzefäden unter der Spinndüse der mittlere laterale Durchmesser der Stäbchen weniger als 800 nm beträgt und das Polymethylmethacrylat ein gewichtsmäßig mittleres Molekulargewicht von zwischen 20.000 und 200.000 g/mol aufweist, und wobei die Abzugsgeschwindigkeit der Spinnfäden bei der Herstellung bis zu 8.000 m/min beträgt.

Die Erfindung betrifft weiterhin ein Verfahren zur Herstellung dieser neuartigen Polyesterfasern und -filamente.

EP 0 987 353 A1

Beschreibung

[0001] Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind Polyesterfasern und -filamente, welche im geringen Umfang weitere Zusatzmittel aufweisen sowie ein Verfahren zu deren Herstellung.

5 **[0002]** Es ist bekannt, daß sich Fasern bzw. Filamente, welche kleine Mengen an Zusatzstoffen enthalten, je nach Zusammensetzung der Mischung, über Schmelzspinnen verarbeiten lassen und teilweise bei gleicher Abzugsgeschwindigkeit einen Anstieg in der Reißdehnung im unverstreckten Garn hervorbringen können.

[0003] Der EP 0 047 464 B1 ist zu entnehmen, daß Polymethylmethacrylat (im folgenden kurz PMMA genannt) prinzipiell zur Erhöhung der Reißdehnung bei höheren Spinnengeschwindigkeiten eingesetzt werden kann.

10 **[0004]** In diesem Dokument wird die Verwendung von in Schmelze gemischtem, umgranuliertem Material, bestehend aus Polyester mit Zusatz von Polymethylmethacrylat, beschrieben. Bei dieser Vorgehensweise handelt es sich um die optimalste Art einer Vormischung zur Erreichung eines homogenen Produktes. Wie aber aus der EP 0 047 464 B1 hervorgeht, kommt es beim Einsatz von Polymethylmethacrylaten mit hohen Molekulargewichten als Zusatzmittel zu Problemen im Spinnprozeß (vgl. Seite 5, Zeilen 11 bis 13).

15 **[0005]** EP 0 631 638 B1 beschreibt ebenso wie EP 0 047 464 B1, daß Polymethylmethacrylat eine begrenzte Spinnbarkeit aufweist. EP 0 631 638 B1 beschreibt nämlich ein Faserpolymer, welches zu 0,1 bis 5 Gew.-%, bezogen auf das Faserpolymer, eines zu 50 bis 90 % imidisierten Polymethacrylsäurealkylesters, im wesentlichen in Form von Einlagerungen, enthält. Ein wesentlicher Nachteil von imidisierten Polymethacrylsäurealkylester-Zusätzen ist aber der relativ hohe Preis des Zusatzmittels. Die Kosten des imidisierten Polymethacrylsäurealkylesters zeigen, daß die Wirtschaftlichkeit eines Prozesses, welcher das genannte Additiv benötigt, nicht gegeben ist. Darüber hinaus ist das beschriebene Zusatzmittel nicht in großem Maßstab erhältlich, und es ist zusätzlich eine Abhängigkeit von wenigen Herstellern gegeben. Ein weiterer Nachteil ist, wie oben beschrieben wurde, daß die Spinnsicherheit begrenzt ist. Es kommt mit der Verwendung dieses Materials als Zusatzmittel vermehrt zu Fadenbrüchen.

20 **[0006]** Die in EP 0 047 464 B1 beschriebenen Molekulargewichte betragen maximal 16.000 g/mol (vgl. Seite 9, Tabelle 5). Darüber hinaus wird in diesem Dokument erwähnt, daß bei PMMA-Tropfendurchmessern in der Polyester-Matrix von mehr als einem µm der Dehnungszuwachs nicht mehr optimal ist. Auf die Morphologie der Einlagerungen wird ansonsten nicht weiter eingegangen.

25 **[0007]** Normalerweise treten, wie auch in EP 0 047 464 B1 und in "HP5, The Highly Economical POY Process for Polyester, Fiber Producer Conference, Greenville, 1998" beschrieben, derartige unverträgliche Einlagerungen im unorientierten Polyester-Gewölle, d.h. im aus der Spinn Düse extrudierten unorientierten Schmelzefaden, in Form von Kugeln bzw. Tropfen auf. In der EP 0 047 464 B1 ist auf Seite 4, Zeilen 13 bis 15, sowie auf Seite 5, Zeilen 8 und 9, angegeben, daß die Einlagerungen möglicherweise (ähnlich wie bei einem Kugellager) einen "Roll-Effekt" in Fadenlaufrichtung bewirken, der zu einer verzögerten Deformation des Polyesters führt.

30 **[0008]** Ein möglicher Zusammenhang spezieller Formen und Größen von Additiveinlagerungen im noch unorientierten Polyester-Gewölle zu den hier benötigten speziellen Eigenschaften des Endproduktes und zum für einen industriell einsetzbaren Prozeß essentiell wichtigen Spinnverhalten wurde dagegen nicht erkannt.

[0009] Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es daher, Polymermischungen für die Herstellung von Polyesterfasern und -filamenten zur Verfügung zu stellen, die gut spinnbar sind und nicht mehr als 4 (Gew.-% Zusatzmittel enthalten, wobei das Herstellverfahren durch die geringe Zusatzmenge, eine breite Verfügbarkeit des Zusatzmittels und durch eine starke Erhöhung der Reißdehnung eine hohe Wirtschaftlichkeit aufweisen soll.

40 **[0010]** Diese Aufgabe wird durch die Fasern und die Filamente gemäß Anspruch 1 bzw. durch das Verfahren nach Anspruch 8 gelöst.

[0011] In den Unteransprüchen sind vorteilhafte Ausführungsformen der Erfindung enthalten.

45 **[0012]** Überraschenderweise hat sich gezeigt, daß aus Polymermischungen aus Polyester, d.h. insbesondere Polyethylenterephthalat (PET) und geringen Zusatzmengen von Polymethylmethacrylat (PMMA) herstellbare Fasern bzw. Filamente sehr hohe Reißdehnungen, vor allem bei hohen Spinnengeschwindigkeiten, hervorbringen können und gleichzeitig ein hervorragendes Spinnverhalten zeigen. Mischungen aus Polyester, d.h. insbesondere PET und Polymethylmethacrylat und die dehnungserhöhende Wirkung des Polymethylmethacrylats sind zwar bekannt, aber ebenso bekannt ist die Neigung zu Fadenbrüchen bei Verspinnung der Mischung, was umso deutlicher zutage tritt, wenn sehr hohe Polymethylmethacrylat-Molekulargewichte verwendet werden.

50 **[0013]** So wird in der EP 0 047 464 B1, wie schon oben erwähnt, beschrieben, daß die Erhöhung des Polymethylmethacrylat-Molekulargewichtes zwar eine Verstärkung des dehnungserhöhenden Effektes hervorbringt, aber auch, daß gleichzeitig Spinnprobleme auftreten, d.h. die verstärkte dehnungserhöhende Wirkung bei sehr hohen Molekulargewichten des Polymethylmethacrylats können aufgrund der damit verbundenen Neigung zu vermehrten Fadenbrüchen überhaupt nicht zum Tragen kommen. Die Wirtschaftlichkeit eines industriellen Verfahrens auf Basis des in EP 0 047 464 B1 beschriebenen Produktes ist somit limitiert.

55 **[0014]** Überraschenderweise hat sich gezeigt, daß bei der vorliegenden Erfindung die im noch unorientierten Polyester-Gewölle eingelagerten Zusatzstoffe nicht, wie in EP 0 047 464 B1 und in "HP5, The Highly Economical POY Pro-

cess for Polyester, Fiber Producer Conference, Greenville, 1998" beschrieben, eine tropfen- bzw. kugelförmige Gestalt aufweisen, sondern, wie in Abbildungen 1, 2 und 3 zu erkennen ist, ein neuartiges, stäbchenförmiges bzw. wurmartig gestrecktes Aussehen hervorbringen. Der Erfindung liegt daher die Erkenntnis zugrunde, daß gerade diese neuen charakteristischen Strukturen der PMMA-Einlagerungen zur verbesserten Spinnbarkeit führen, und dies insbesondere bei sehr hohen Polymethylmethacrylat-Molekulargewichten, wie im erfindungsgemäßen Beispiel, beschrieben ist.

[0015] Bemerkenswert ist ebenfalls, daß die lateralen Durchmesser der neuartigen stäbchenförmigen Gebilde sehr klein sind. Die im Beispiel dargestellten stäbchenartigen Einlagerungen weisen beispielsweise einen lateralen Durchmesser von etwa 300 bis 400 nm auf, gemessen in den aus der Spinndüse extrudierten, noch unorientierten Schmelzefäden, dem sogenannten Gewölle.

[0016] Wichtig ist, daß der Durchmesser kleiner als 800 nm ist. Bevorzugt ist eine Größe von weniger als 600 nm, besonders bevorzugt von weniger als 400 nm.

[0017] Die innerhalb der vorliegenden Erfindung beschriebene "stäbchenartige" Struktur der Polymethylmethacrylat-Einlagerungen in der noch unorientierten Polyester-Matrix hat jedoch mit den Beobachtungen, welche in EP 0 047 464 B1 beschrieben wurden, nichts gemeinsam. Die gemäß vorliegender Erfindung festgestellten "stäbchenförmigen" Strukturen müssen, wie auch immer, einem im Vergleich zu dem in BP 0 047 464 B1 beschriebenen Prinzip anderen Mechanismus gehorchen. Sehr wahrscheinlich liegt hierin die Ursache in dem deutlich besseren Laufverhalten im Rahmen der vorliegenden Erfindung.

[0018] So ist vorstellbar, daß tropfen- bzw. kugelförmige Einlagerungen in einer Polyester-Matrix zwar eine orientierungsreduzierende Wirkung aufweisen, aber auch aufgrund der hier zu erwartenden Molekülbewegungen der Polyester-Matrix quer zur Fadenausbreitungsrichtung der Spinnprozeß mehr oder weniger gestört wird.

[0019] Im Falle der erfindungsgemäß erstmalig festgestellten stäbchenartigen Einlagerungen sollten die Ausbreitungskomponenten der Polyester-Moleküle quer zum Faden reduziert sein, was die Verbesserung im Spinnverhalten erklären würde.

[0020] Die erfindungsgemäß eingesetzte PMMA-enthaltende Polymermischung kann auch bei hohen Spinn- geschwindigkeiten problemlos mittels einer konventionellen Querstromanblasung versponnen werden.

[0021] Gut geeignet sind aber auch andere bekannte Abkühlvorrichtungen, wie z.B. Vorrichtungen zur passiven Abkühlung durch Luftansaugung der schnellaufenden Fäden oder Anblasvorrichtungen, die im Zentrum des Fadenbündels angeordnet sind.

[0022] Generell ist die vorliegende Erfindung sowohl für die Herstellung von teilweise orientierten Garnen (POY) geeignet (wie im Beispiel erläutert), als auch für die Herstellung von Fasern (d.h. Stapelfasern), bei der deutlich lang- samer gesponnen (abgezogen), dafür anschließend viel stärker verstreckt wird (wie dem Fachmann aus Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 5th Ed., Vol. A10, Fibers, 3. General Production Technology, Seiten 550 bis 561, bekannt ist). Der wirtschaftliche Gewinn bei der vorliegenden Erfindung äußert sich im Fall der Faserherstellung vor allem in einem deutlich erhöhten Streckverhältnis auf der Faserstraße, neben dem entsprechend höheren Durchsatz beim Schmelzspinnen.

[0023] Bei der Herstellung von Fasern mit der vorliegenden Erfindung wird vorzugsweise eine Abzugsgeschwindigkeit im Bereich von 800 bis 2.400 m/min gewählt, bei der Herstellung von teilweise orientierten Filamentgarnen (POY) eine Abzugsgeschwindigkeit von 3.000 bis 8.000 m/min.

[0024] Als Zusatzmittel hat sich das im Handel befindliche Polymethylmethacrylat-Produkt DEGALAN[®] der Firma DEGUSSA als vorteilhaft erwiesen. Trotz des hohen Molekulargewichts der Type DEGALAN[®] G8E von 126.580 g/mol (Gewichtsmittel gemäß nachfolgend beschriebener Meßmethode), hat sich dieses als hervorragend geeignet heraus- gestellt. Das sehr hochmolekulare Material bringt in der Mischung mit Polyester überraschenderweise neben einer enormen Dehnungserhöhung bei hohen Spinn- geschwindigkeiten auch eine hervorragende Spinnbarkeit mit sich. Da sich selbst die Mischung aus dem sehr hochmolekularen DEGALAN[®] G8E und Polyethylenterephthalat (PET) hervor- ragend verspinnen läßt, ist auch davon auszugehen, daß die Typen mit geringerem Molekulargewicht (20.000 - 120.000 g/mol) als dem eingesetzten im Vergleich zum Stand der Technik ebenfalls zu einem verbesserten Spinnver- halten führen.

[0025] Darüber hinaus ist Polymethylmethacrylat im Vergleich zu der in EP 0 631 638 B1 beschriebenen Additivkom- ponente (Polymethylmethacrylimid) deutlich billiger und gut verfügbar.

[0026] In bezug auf den dehnungserhöhenden Effekt sind erfindungsgemäß Polymethylmethacrylat-Molekularge- wichte (Gewichtsmittel) zwischen 20.000 und 200.000 g/mol geeignet. Bevorzugt geeignet sind Molekulargewichte zwi- schen 50.000 und 160.000 g/mol. Ganz besonders bevorzugt geeignet sind Molekulargewichte zwischen 80.000 und 140.000 g/mol.

[0027] Die Molekulargewichtsangaben zum PMMA beziehen sich auf folgende Meßmethode (interne Analysenvor- schrift Nr. LC 012 der EMS-CHEMIE AG):

Die Molekulargewichtsverteilung und das Gewichtsmittel (M_w) der Molmasse von PMMA werden mittels der Gel-Per- meations-Chromatographie (GPC) bestimmt, d.h. mit einem GPC-Meßgerät mit den für eine Flüssigkeitschromatogra- phie bekannten Apparatur-Grundkomponenten Pumpe, Chromatographiesäule und Detektor. Für die Messungen wird

ein Gerät der Firma WATERS, Typ GPC 150A mit IR-Detektor, verwendet. Als Säule werden vier Einzelsäulen der Dimension 250 mm x 7 mm (Durchmesser) in Serie zu einer Gesamtsäulenlänge von 1 m hintereinandergeschaltet. Die Säulen sind gefüllt mit MERCK LiChroGel® 10 µm, und zwar in der Kombination PS4000, PS400, PS20 und PS4 (keimzeichnend für die Porengröße) für die vier einzelnen Abschnitte, so daß jede Molekulargewichtsfraction des PMMA optimal aufgetrennt wird. Als Stammlösung für die PMMA-Proben dient Chloroform, mit 0,1 % 1,2-Dichlorbenzol als Flowmarker. Als Eluent wird Chloroform in einer Flußrate von 1 ml/min verwendet. Zur Probenvorbereitung werden jeweils 50 mg PMMA in ein verschließbares 20 ml-Glas eingewogen, mit Stammlösung bis zur Marke aufgefüllt und bis zur vollständigen Auflösung geschüttelt. Genau gleich werden zunächst auch mindestens 5 PMMA Standards aus dem Bereich $5.720 < M_w < 360.000$ g/mol zubereitet, die von der Firma POLYMER LABORATORIES bezogen werden. Mit den Standards wird die Molekulargewichtsmessung kalibriert. Das Injektionsvolumen der Probenlösungen beträgt jeweils 200 µl. Alle Temperatureinstellungen sind auf 30 °C. Die Auswertung der Messungen (Chromatogramme) erfolgt mit Hilfe der GPC-Software MILLENIUM (von WATERS) nach der Methode des Narrow Standards.

[0028] Die Menge des zugemischten PMMA liegt im Bereich von 0,1 bis 4 Gew.-%, bezogen auf den Polyester als fadenbildendes Polymer. Bevorzugt ist der Bereich von 0,2 bis 3 Gew.-%; besonders bevorzugt ist eine PMMA-Menge im Bereich von 0,3 bis 2 Gew.-%.

[0029] Die Beimischung des Polymethylmethacrylats als Additiv zu PET kann beispielsweise über das sogenannte "Melt Conditioning"-Verfahren zur kontinuierlichen Modifizierung von Polymerschmelzen erfolgen (DE 40 39 857 C2). Der Offenbarungsgehalt der DE 40 39 857 C2 wird hiermit auch voll zum Inhalt dieser Anmeldung gemacht. Dort wird ein Teil der Schmelze, die direkt aus einer Polykondensation oder von einer Aufschmelzung kommen kann, aus dem Hauptschmelzestrom abgezweigt. Dieser Teilstrom wird in einen Seitenstromextruder eingespeist und dort mit dem Additiv, welches in Granulat-, Pulver- oder bevorzugt Perlenform vorliegt, beaufschlagt und anschließend dispergiert. Das dispergierte und gemischte Schmelzekonzentrat wird danach zurück in die Hauptschmelzeleitung geführt und dort auf die Endkonzentration verdünnt.

[0030] Anstatt des "Melt Conditioning"-Verfahrens ist es beispielsweise ebenfalls möglich, mittels eines Aufschmelzextruders eine reine Additivschmelze zu erzeugen und in den Hauptschmelzestrom zu injizieren. Eine entsprechende Anordnung an Mischelementen sorgt danach für eine Homogenisierung und Dispergierung des Additives im fadenbildenden Matrixpolymer (Polyethylenterephthalat).

[0031] In dem Fall, wenn von PET-Granulat ausgegangen und dieses in einem Spinnextruder aufgeschmolzen wird, ist es weiter möglich, das PMMA als Additiv (in Granulat-, Pulver- oder Perlenform) direkt zum PET-Granulat in den Spinnextruder einzudosieren, dort das Additiv im Polyethylenterephthalat zu dispergieren und anschließend die Schmelzemischung zu verspinnen. Auch bei dieser Beimischungsvariante ist wie beim "Melt Conditioning"-Verfahren die Ausgangsform des PMMA als Perlen bevorzugt, weil dies eine feine Verteilung in der PET-Schmelze begünstigt und zudem die PMMA-Handelsprodukte in der Regel ohnehin auch in dieser Form erhältlich sind. Diese Perlen kann man sich als Meine Kügelchen mit einem Durchmesser von etwa 0,3 mm vorstellen; sie werden gelegentlich auch als Grieß bezeichnet.

[0032] Das Additiv kann sowohl als reine Substanz als auch in Masterbatchform zugegeben werden. Zusätzlich können auch weitere Zusatzstoffe oder Additive einverleibt und mit versponnen werden. Das Polyethylenterephthalat selber kann auch bereits die üblichen Zusatzstoffe wie Mattierungsmittel (Titandioxid), Stabilisatoren, Katalysatoren etc. enthalten. Im Zusammenhang dieser Anmeldung versteht man unter "Polyethylenterephthalat" (PET) oder "Polyester" die Polyester, die mindestens 80 % Polyethylenterephthalat-Einheiten und maximal 20 % Einheiten enthalten, stammend von einem anderen Diol als Ethylenglykol wie z.B. Diethylenglykol, Tetramethylenglykol oder einer anderen Dicarbonsäure als Terephthalsäure, beispielsweise Isophthalsäure, Hexahydroterephthalsäure, Dibenzoessäure.

[0033] Man kann Polyethylenterephthalat gegebenenfalls mit geringen Molmengen eines Verzweigungsmittels mit 3 bis 4 funktionellen Alkohol- oder Säuregruppen, Trimethylpropan, Trimethyloletan, Pentaerythrit, Glycerin, Trimesinsäure, Trimellitsäure oder Pyromellitsäure, modifizieren.

[0034] Der Ausgangspolyester kann aber auch bekannte Zusätze enthalten, um die Fähigkeit der Färbung zu modifizieren, wie z.B. Natrium-3,5-dicarboxybenzolsulfonat.

[0035] In der Schmelzeleitung besteht z.B. die Möglichkeit, weitere dynamische und/oder statische Mischer einzusetzen. Dazu können auch dynamische und/oder statische Mischer direkt vor dem Spinnpaket plziert werden.

[0036] Bei einer besonderen Ausführungsart der Erfindung wird die gebrauchsfertig dispergierte Schmelzemischung, die nach irgendeiner der beschriebenen Beimischungsvarianten hergestellt werden kann, zunächst nicht zu Fäden versponnen, sondern granuliert. Dieses Hochleistungsgranulat kann später an herkömmlichen Spinnmaschinen mit Aufschmelzextruder weiterverarbeitet, d.h. zu Fasern oder Filamenten versponnen werden. Dabei hat der Weiterverarbeiter, beispielsweise ein Kunde des Granulatherstellers, alle Vorteile des erfindungsgemäß modifizierten Polyesters, ohne daß er hierzu seine konventionelle Spinnmaschine mit teuren Dosierungs- und Mischeinrichtungen nachrüsten und ein separates Additiv zukaufen muß. Das ganze Handling ist also auf diese Weise für einen Weiterverarbeiter so einfach wie mit normalem PET-Granulat.

[0037] Die Figuren 1, 2 und 3 zeigen REM-Querschnittsaufnahmen eines erfindungsgemäßen Schmelzefadens im

Matrix-Polymer (PET), der unter der Düsenplatte im unorientierten Zustand entnommen wurde. Insbesondere ist aus Fig. 3 ("Stäbchen", seitlich angeschnitten) die axiale Einlagerung des PMMA-Additivs ersichtlich (Erstreckung in Fadenachse).

[0038] Die Erfindung wird nun anhand des folgenden Beispiels näher erläutert, ohne sie darauf einzuschränken.

5 [0039] Verwendet wurden übliche, dem Fachmann bekannte Spinnmaschinen, wie sie z.B. in Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 5th Ed. Vol. A10, Fibers, 3. General Production Technology, Seite 535, Figure 26, beschrieben sind.

Beispiel:

10

[0040] Die Ergebnisse der in der Tabelle 1 aufgeführten Versuche wurden an einer 6-fädigen Produktionsspinnstelle erhalten. Tabelle 1 zeigt Resultate aus Spinnversuchen bei einer Aufwickelgeschwindigkeit (Vwick) von 4,950 m/min. Die Spinn temperatur betrug 285 °C, wobei der Bereich von 280 °C bis 295 °C bevorzugt ist. Zur Abkühlung der Filamente kam eine passive Abkühlung zum Einsatz, wie sie z.B. in DE 197 16 394 C1 beschrieben ist. Nach Durchlaufen der Abkühlstrecke wurde das Garn über ein kaltes Galetten-Duo geführt und anschließend aufgewickelt. Die Galetten- bzw. Abzugsgeschwindigkeit, d.h. die eigentliche Spinn geschwindigkeit, betrug bei allen Varianten, außer bei der Nullprobe "Null-2", 5.000 m/min. Bei der Variante "Null-2" (konventionell, ohne Additive) belief sich die Galettengeschwindigkeit auf 3.225 m/min. Verwendet wurde zur Additiv-Einmischung das "Melt Conditioning"-Verfahren (DE 40 39 857 C2), welches üblicherweise zur Schmelzmodifizierung in kontinuierlichen Polyester-Polykondensationsanlagen mit direkt angeschlossener Spinnerei verwendet wird. Zur Herstellung der Garne wurde ein gewöhnliches, für textile Einsatzzwecke übliches, mattiertes Polyethylenterephthalat der Firma EMS-CHEMIE AG mit der Typenbezeichnung Grilene[®] M764 verwendet. Der eingesetzte Zusatzstoff war ein Polymethylmethacrylat der Firma DEGUSSA mit der Typenbezeichnung DEGALAN[®] G8E mit einem Molekulargewicht von 126.580 g/mol (Gewichtsmittel). Die Konzentration belief sich auf 0,65 bis 0,90 Gewichtsprozent. Die mittleren lateralen Durchmesser der Polymethylmethacrylat-Einlagerungen (s. Abb. 1, 2, 3) betragen weniger als 400 nm.

15

20

25

Das Spinnverhalten war sehr gut. Es wurden ausschließlich Vollspulen hergestellt.

[0041] Tabelle 2 zeigt textile Daten des Texturgarnes. Die mit dem modifizierten Polyester erreichten Qualitätsdaten entsprechen demjenigen von gutem, konventionell hergestelltem Texturgarn. Der Gewinn liegt aber in der enormen Produktivitätssteigerung in der Spinnerei, wenn man bedenkt, daß normales POY-Garn nur bei ca. 3.200 m/min gesponnen wird.

30

Tabelle 1

6-fädige Position einer Produktionsanlage					
Add.-Typ	G8E	G8E	G8E	Null-1	Null-2
Menge (%)	0,65	0,76	0,90	-	-
RD (%)	120,6	126,6	134,1	64,7	121,8
RF (cN/dtex)	2,4	2,24	2,01	3,07	2,31
Titer (dtex)	129,7	131,2	129,7	124,9	125,3
Vwick (m/min)	4950	4950	4950	4950	3170
Spinnverhalten	sehr gut	sehr gut	sehr gut	gut	sehr gut
Durchmesser (nm)*	kleiner 400	kleiner 400			

*:mittlerer lateraler "Stäbchendurchmesser" unter der Spinn Düse

35

40

45

50

Tabelle 2

Strecktexturierung				
Add.-Typ	G8E	G8E	Null-2	
Menge (%)	0,65	0,76	-	

55

Tabelle 2 (fortgesetzt)

Strecktexturierung				
Add.-Typ	G8E	G8E	Null-2	
RD (%)	21,3	21,7	21,4	
RF (cN/dtex)	4,08	4,06	4,1	
Titer (dtex)	80,7	77,1	75,8	
Vtex (m/min)	800	800	800	
Verstreckverhältnis	1,68	1,74	1,695	
Laufverhalten	sehr gut	sehr gut	sehr gut	

[0043] Die Abkürzungen in den Tabellen 1 und 2 haben folgende Bedeutungen:

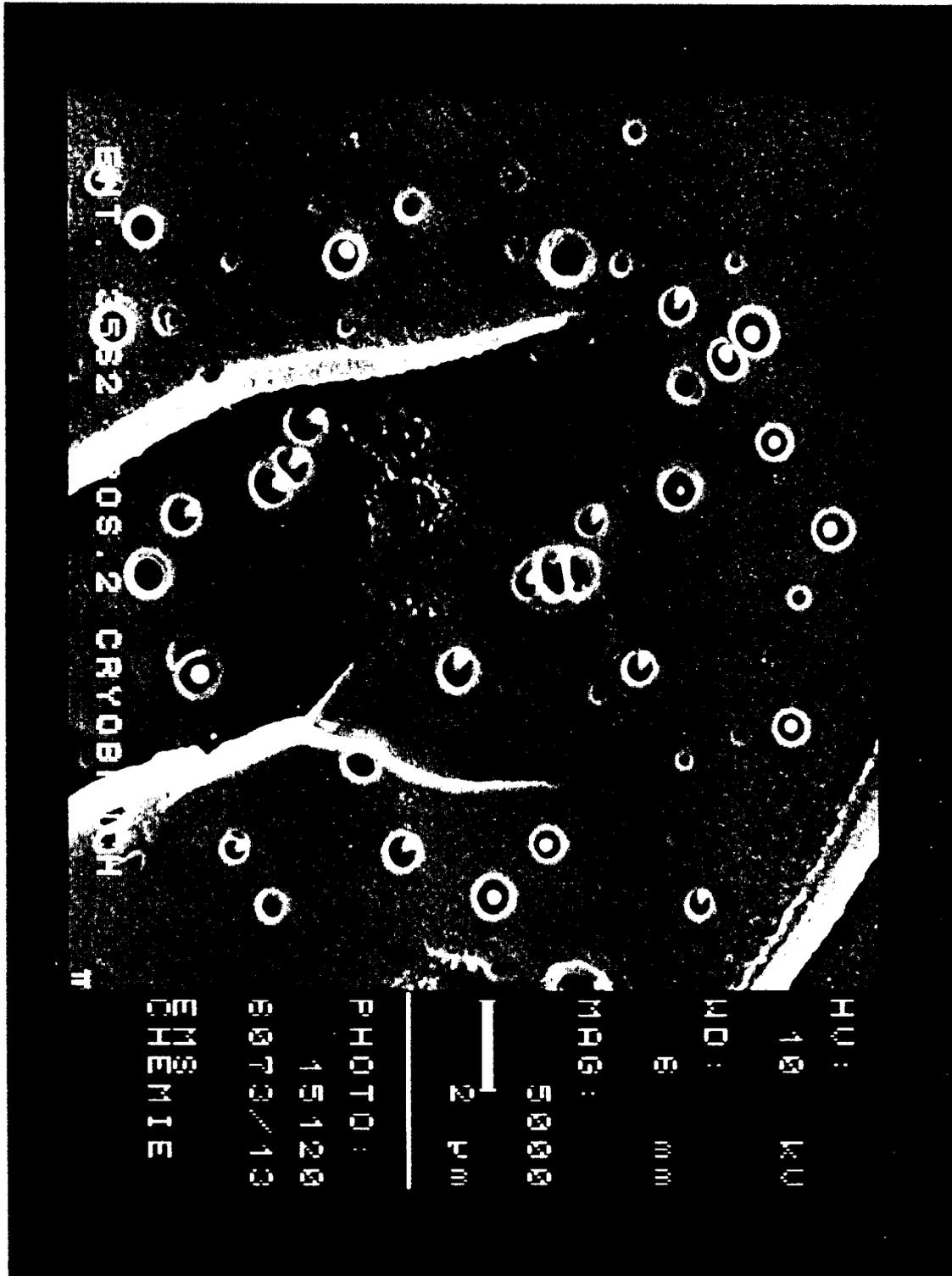
- G8E = PMMA-Typ der Firma DEGUSSA mit dem Handelsnamen DEGALAN[®] als Additiv in der angegebenen Menge dem PET zugesetzt.
- Null-1 = Nullvariante (Vergleichsbeispiel) ohne Additivzusatz, nur PET vom Typ Grilene[®] M764 der EMS-CHEMIE AG (relative Viskosität = 1,64 gemessen 1 %-ig in m-Kresol)
- Null-2 = wie Null-1, aber mit tieferer Spinn- und Aufwickelgeschwindigkeit
- RD = Reißdehnung
- RF = Reißfestigkeit

Patentansprüche

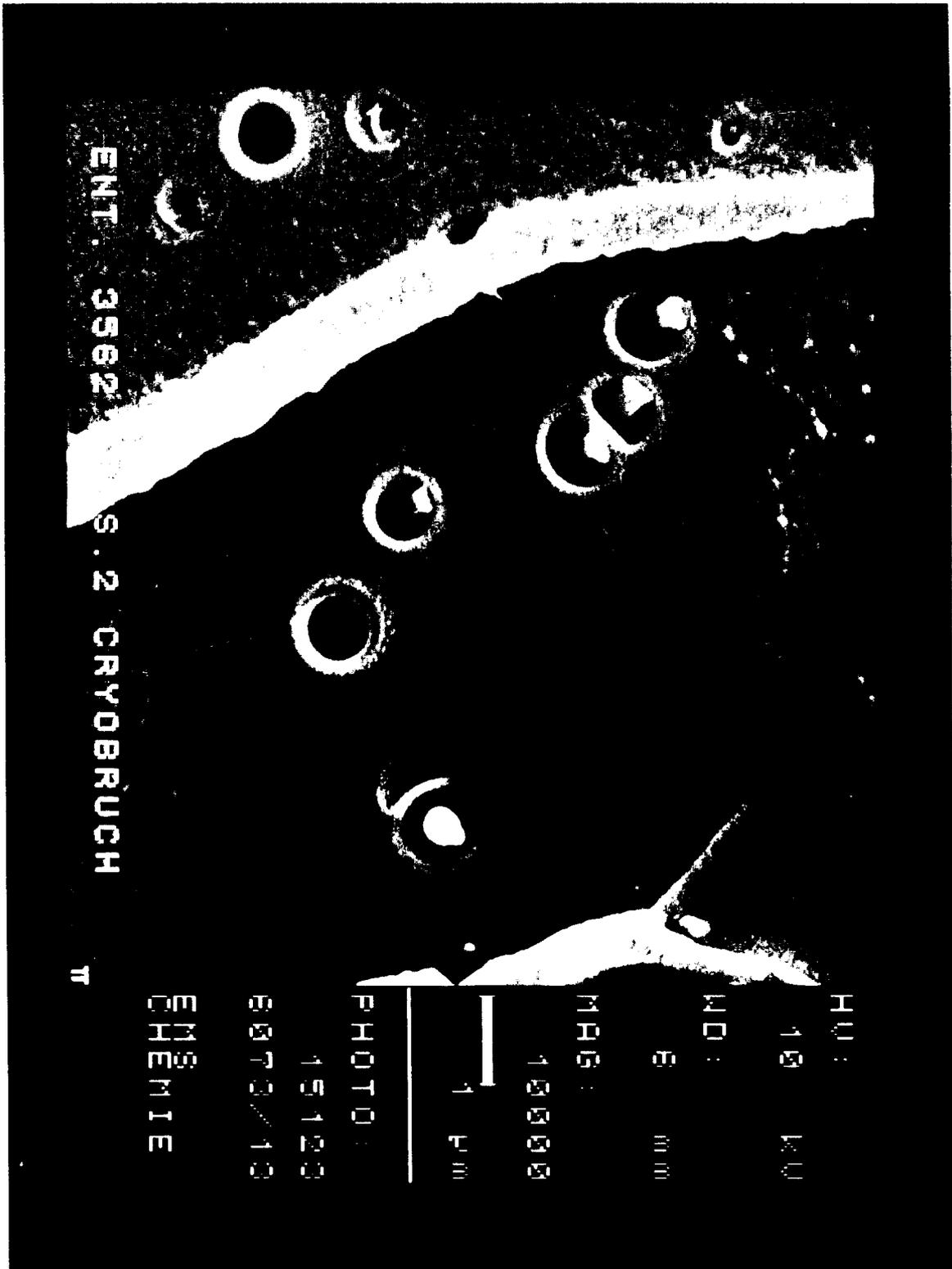
- Fasern und Filamente aus überwiegend Polyethylenterephthalat als fadenbildendem Polymer, **dadurch gekennzeichnet**, daß sie 0,1 bis 4 Gew.-% bezogen auf das fadenbildende Polymer, Polymethylmethacrylat mit einem gewichtsmäßig mittleren Molekulargewicht von zwischen 20.000 und 200.000 g/mol als weiteres Polymer, überwiegend in Form von stäbchenförmigen Einlagerungen, gemessen in den aus der Spinn­düse extrudierten, noch unorientierten Schmelzefäden, enthalten, wobei die laterale Teilchengröße der stäbchenförmigen Einlagerungen des weiteren Polymers kleiner als 800 nm ist, und wobei die Abzugsgeschwindigkeit der Spinnfäden bei der Herstellung bis zu 8.000 m/min beträgt.
- Fasern bzw. Filamente gemäß Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß die stäbchenförmigen Polymethylmethacrylat-Einlagerungen einen mittleren lateralen Durchmesser kleiner 600 nm aufweisen.
- Fasern bzw. Filamente gemäß Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß die stäbchenförmigen Polymethylmethacrylat-Einlagerungen einen mittleren lateralen Durchmesser von kleiner 400 nm aufweisen.
- Fasern bzw. Filamente gemäß einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Polymethylmethacrylat ein gewichtsmäßig mittleres Molekulargewicht von zwischen 50.000 und 160.000 g/mol aufweist.
- Fasern bzw. Filamente gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Polymethylmethacrylat ein gewichtsmäßig mittleres Molekulargewicht von zwischen 80.000 und 140.000 g/mol aufweist.
- Fasern bzw. Filamente gemäß einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet**, daß sie 0,2 bis 3 Gew.-% Polymethylmethacrylat enthalten.
- Fasern bzw. Filamente gemäß einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet**, daß sie 0,3 bis 2 Gew.-% Polymethylmethacrylat enthalten.
- Verfahren zur Herstellung von im wesentlichen aus Polyethylenterephthalat bestehenden schmelzgesponnenen Fasern und Filamenten durch Polykondensation oder Aufschmelzen des fadenbildenden Polymers und anschließendem Schmelzspinnen, **dadurch gekennzeichnet**, daß dem fadenbildenden Polymer 0,1 bis 4 Gew.-%, bezogen auf das fadenbildende Polymer, eines Polymeren aus im wesentlichen Polymethylmethacrylat mit einem gewichtsmäßig mittleren Molekulargewicht von zwischen 20.000 und 200.000 g/mol vor dem Schmelzspinnen

zugemischt und darin dispergiert werden und beim Schmelzspinnen eine Abzugsgeschwindigkeit der Fäden von bis zu 8.000 m/min eingestellt wird, wobei durch die Dispergierung in den aus der Spinndüse extrudierten, noch unorientierten Schmelzefäden stäbchenförmige Einlagerungen des PMMA mit einer lateralen Teilchengröße von kleiner als 800 nm erhalten werden.

- 5
9. Verfahren nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet**, daß man dem fadenbildenden Polymer 0,2 bis 3 Gew.-%, bezogen auf das fadenbildende Polymer, des Polymethylmethacrylats zumischt.
10. Verfahren nach einem der Ansprüche 8 oder 9, **dadurch gekennzeichnet**, daß man dem fadenbildenden Polymer 10 0,3 bis 2 Gew.-%, bezogen auf das fadenbildende Polymer, des Polymethylmethacrylats zumischt.
11. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 8 bis 10, **dadurch gekennzeichnet**, daß man zur kontinuierlichen Modifizierung der Polyethylenterephthalatschmelze einen Teil der Schmelze aus dem Hauptschmelzestrom abzweigt, diesen Teilstrom in einen Seitenstrom-Extruder einspeist, dort mit dem Polymethylmethacrylat beaufschlagt und dieses darin dispergiert, das dispergierte und gemischte Schmelzekonzentrat aus dem Seitenstrom 15 zurück in die Hauptschmelzeleitung führt, dort auf die Endkonzentration verdünnt und anschließend die Schmelzmischung verspinn.
12. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 8 bis 10, **dadurch gekennzeichnet**, daß mittels eines Aufschmelzextruders eine PMMA-Schmelze erzeugt und diese in den Hauptschmelzestrom aus Polyethylenterephthalat injiziert wird, danach mit Hilfe einer Mischeinrichtung homogenisiert und im Matrix-Polymer dispergiert und anschließend die Schmelzemischung versponnen wird.
- 20
13. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 8 bis 10, **dadurch gekennzeichnet**, daß von Polyethylenterephthalat-Granulat ausgegangen und dieses in einem Spinnextruder aufgeschmolzen wird, und daß das PMMA direkt zum Polyethylenterephthalat-Granulat in den Spinnextruder zudosiert und dort im Polyethylenterephthalat dispergiert wird, und man anschließend die Schmelzemischung verspinn.
- 25
14. Verfahren nach Anspruch 11 oder Anspruch 13, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Polymethylmethacrylat in Perlenform zudosiert wird.
- 30
15. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 8 bis 14, **dadurch gekennzeichnet**, daß gleichzeitig mit dem Polymethylmethacrylat noch weitere Zusatzstoffe oder Additive zudosiert und dem fadenbildenden Polymer beige-mischt werden.
- 35
16. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 8 bis 15, **dadurch gekennzeichnet**, daß die gebrauchsfertig dispergierte Schmelzemischung nicht unmittelbar anschließend zu Fäden versponnen, sondern zunächst granuliert und später an einer Spinnmaschine mit Aufschmelzextruder weiterverarbeitet wird.
- 40
17. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 8 bis 16, **dadurch gekennzeichnet**, daß bei der Herstellung von Fasern die Abzugsgeschwindigkeit 800 bis 2.400 m/min beträgt.
- 45
18. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 8 bis 16, **dadurch gekennzeichnet**, daß bei der Herstellung von teilweise orientierten Filamentgarnen die Abzugsgeschwindigkeit 3.000 bis 8.000 m/min beträgt.
- 50
- 55

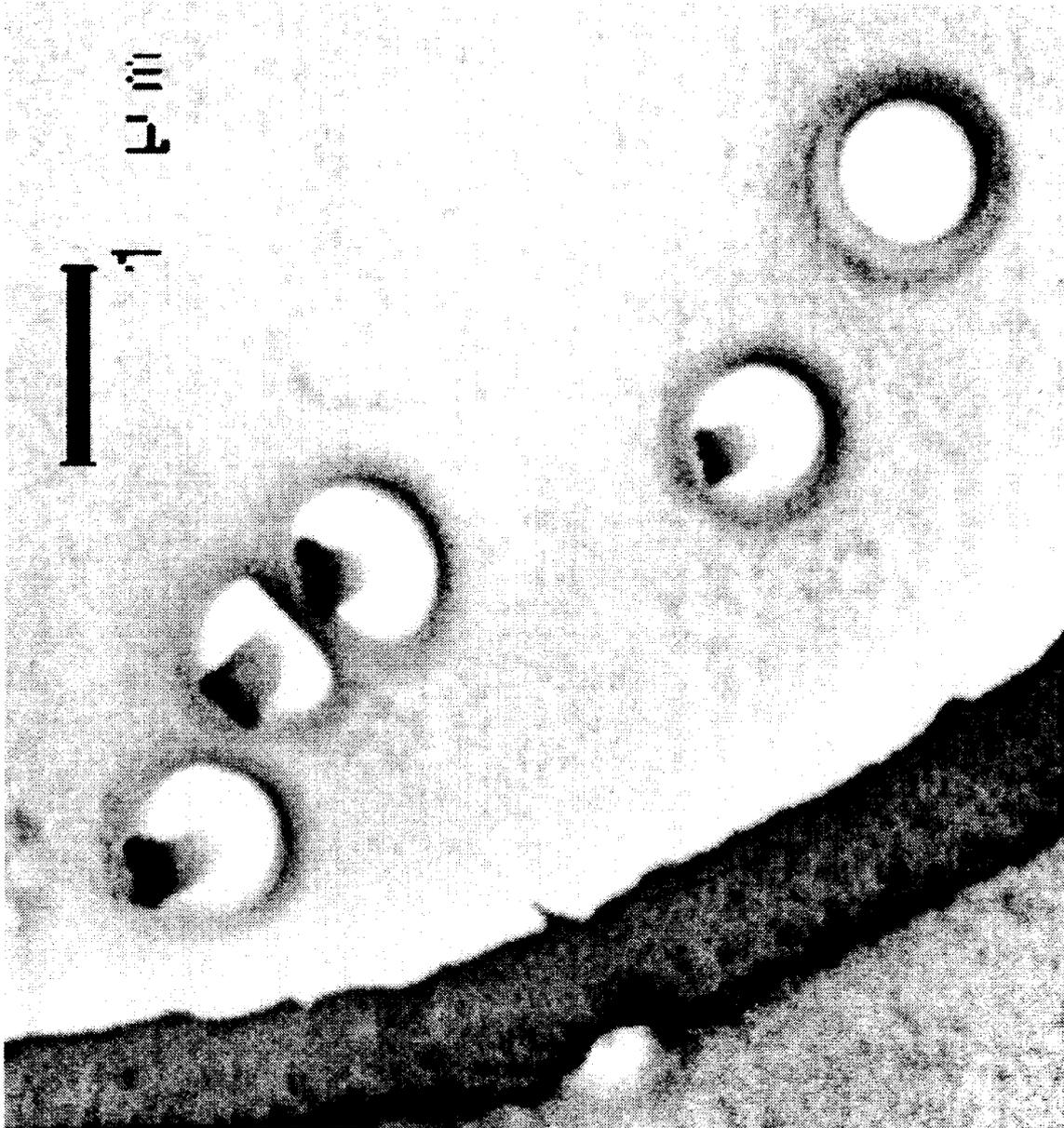


Figur 1



52

Figur 2



Figur 3



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung
EP 99 11 7671

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.7)
E	WO 99 47735 A (YOSHIMURA MIE ;TEIJIN LTD (JP); KURODA TOSHIMASA (JP)) 23. September 1999 (1999-09-23) * Seite 19, Zeile 1 - Zeile 14 * * Seite 29, Zeile 6 - Zeile 31 * * Beispiele 1-8 * * Ansprüche 1,5,6,8-10 * -----	1-18	D01F6/92
A,D	EP 0 047 464 A (TEIJIN LTD) 17. März 1982 (1982-03-17) * das ganze Dokument * -----	1-18	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.7)
			D01F
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort DEN HAAG		Abschlußdatum der Recherche 10. Januar 2000	Prüfer Fiocco, M
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : mündliche Offenbarung P : Zwischenliteratur		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument ----- & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	

EPO FORM 1503 03.82 (P04C03)

**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT
 ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 99 11 7671

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentdokumente angegeben.
 Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am 10-01-2000.
 Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

10-01-2000

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
WO 9947735 A	23-09-1999	JP 11269719 A	05-10-1999
EP 0047464 A	17-03-1982	JP 57047912 A	19-03-1982
		JP 63032885 B	01-07-1988
		US 4609710 A	02-09-1986

EPO FORM P0461

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts. Nr.12/82