

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11)

EP 1 403 405 A2

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:
31.03.2004 Patentblatt 2004/14

(51) Int Cl.⁷: **D01F 6/76**

(21) Anmeldenummer: **03090284.5**

(22) Anmeldetag: **04.09.2003**

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

(30) Priorität: **27.09.2002 DE 10246472**

(71) Anmelder: **Agrolinz Melamin GmbH
A-4021 Linz (AT)**

(72) Erfinder:
• **Burger, Manfred, Dr.
4020 Linz (AT)**

• **Rätzsch, Manfred, Prof. Dr.
4062 Wilhering (AT)**
• **Bucka, Hartmut
4622 Eggendorf (AT)**
• **Riedel, Bernd, Dr.
4622 Unterwellenborn (AT)**

(74) Vertreter: **Gross, Felix et al
Maikowski & Ninnemann
European Patent and Trademark Attorneys
Kurfürstendamm 54-55
10707 Berlin (DE)**

(54) Endlosfäden mit hoher Dimensionssabilität, Hydrolysebeständigkeit und Flammfestigkeit

(57) Die Erfindung betrifft Endlosfäden, die durch das Schmelzen von Oligo- und/oder Polytriazinether enthaltenden Aminoplast-Polymeren herstellbar sind; deren Herstellung sowie deren Verwendung. Die erfin-

dungsgemäßigen Endlosfäden zeichnen sich durch hohe Dimensionsstabilität, Hydrolysebeständigkeit und Flammfestigkeit aus.

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft Endlosfäden nach dem Oberbegriff des Anspruchs 1, die durch das Schmelzen von Oligo- und/oder Polytriazinether enthaltenden Aminoplast-Polymeren herstellbar sind, sowie ein Verfahren zu deren Herstellung nach Anspruch 9 und deren Verwendung nach Anspruch 41.

[0002] Unter Endlosfäden werden in diesem Dokument Fäden verstanden, die in ihrer Länge keiner Beschränkung unterliegen und deren Länge im Vergleich zum Querschnitt als nahezu unendlich angesehen werden kann.

[0003] Es ist bekannt, Endlosfäden bestehend aus Melamin / Formaldehyd - Kondensationsprodukten herzustellen. In der DE-A 195 15 277 werden beispielsweise solche Fasern durch Verspinnen einer hochkonzentrierten, wässrigen Lösung eines Vorkondensates aus Melamin, mit hydrophilen Gruppen substituiertem Melamin und Formaldehyd mit anschließendem Verdampfen des Wassers und Aushärten des Vorkondensates beschrieben.

[0004] Besonders nachteilig bei den in der DE-A 195 15 277 beschriebenen Melaminharz-Fasern ist, dass die Vernetzung solcher Melaminharze überwiegend über Dimethylenether-Brücken erfolgt, die eine beträchtliche Hydrolyseanfälligkeit aufweisen und somit langfristig ein unerwünschtes Wasserquellvermögen der Fasern verursachen.

[0005] Ein weiterer Nachteil besteht in der Verwendung wässriger Melaminharz-Vorkondensat-Lösungen, da diese ein energetisch aufwendiges Verdampfen des Wassers während des Fadenbildungsprozesses erforderlich machen.

[0006] Nachteilig ist weiterhin, dass bei diesen Verfahren der Härtungskatalysator für die Vernetzungsreaktion bereits vor dem Verspinnen der Melaminharzlösung zugesetzt werden muss. Dies bedeutet, dass die Temperatur- und Zeitparameter vor dem Verspinnen sehr genau eingestellt und eingehalten werden müssen, da ansonsten die Härtungsreaktion bereits vor dem Beginn der Fadenbildung einsetzt.

[0007] In der DE-C 2 364 091 werden flammhemmende Textilfasern beschrieben, welche ein gehärtetes Aminotriazin-Aldehyd-Harz enthalten. Die Fasern werden ebenfalls durch Verspinnen einer Lösung eines Aminotriazin-Aldehyd-Vorkondensates erhalten, wobei die zu verspinnende Lösung weitere Komponenten enthalten kann. Solche zusätzlichen Komponenten sind beispielsweise faserbildende wässrige Polymere wie Cellulosederivate, Polyvinylalkohol oder Polyamide sowie Borsäure oder Borat. Zur Faserbildung wird die Lösung in einer Hochtemperatur-Atmosphäre versponnen, in welcher das Lösungsmittel verdampft und die Aminotriazin-Härtung erfolgt.

[0008] Bei dem in DE-C 2 364 091 beschriebenen Verfahren ist nachteilig, dass nur dann eine ausreichende Spinngeschwindigkeit sowie Elastizität und gute mechanische Eigenschaften der Fasern erreicht werden, wenn die zur Verbindung gebrachte Aminotriazin-Vorkondensat-Lösung zusätzlich die genannten faserbildenden Polymere enthält. Diese Komponenten haben jedoch den Nachteil, dass sie sich negativ auf die Flammbeständigkeit der Fasern auswirken, da sie keine flammhemmenden Eigenschaften aufweisen.

[0009] Ein weiterer Nachteil ist die Tatsache, dass hinsichtlich einer guten Lagerbeständigkeit weitere Zusatzstoffe wie beispielsweise Borsäure oder Borate zugegeben werden müssen. Ist dies nicht der Fall, müssen die Aminotriazin-Vorkondensat-Lösungen bis zu ihrem Verspinnen bei Temperaturen unter 40 °C aufbewahrt werden. Bei höheren Temperaturen kommt es vorzeitig zu weiterer Kondensation und damit zu einer Viskositätssteigerung, welche das Verspinnen unmöglich macht.

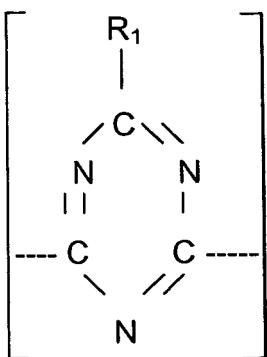
[0010] Darüber hinaus ist das beim beschriebenen Fadenbildungsverfahren nötige Verdampfen des wässrigen oder auch organischen Lösungsmittels sowohl energetisch als auch aus Umweltschutzgründen unerwünscht.

[0011] Es stellte sich demnach die Aufgabe, Fasern auf Basis von Aminotriazinen zu entwickeln, welche sowohl exzellente qualitative Eigenschaften wie Hydrolysebeständigkeit, mechanische Eigenschaften und Flammfestigkeit besitzen und welche darüber hinaus durch ein Verfahren herstellbar sind, welches die genannten Nachteile bei der Faserherstellung nicht aufweist.

[0012] Unerwarteterweise wurden die genannten Anforderungen durch Fasern erfüllt, die aus Oligo- und/oder Polytriazinether enthaltenden Aminoplast-Polymeren hergestellt werden. Das Verfahren zur Herstellung solcher Fasern, bei welchem die Fadenbildung aus der Aminoplast-Schmelze heraus erfolgt, kommt dabei ohne die genannte Verdampfung eines Lösungsmittels aus.

[0013] Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind Endlosfäden, herstellbar durch das Schmelzen von Oligo- und/oder Polytriazinether enthaltenden Aminoplast-Polymeren. Diese Endlosfäden zeichnen sich durch hohe Dimensionsstabilität, Hydrolysebeständigkeit und Flammfestigkeit aus.

[0014] Die in den Oligo- oder Polytriazinethern enthaltenen Triazinsegmente, die hier auch als "Kerne" bezeichnet werden, haben vorteilhafterweise folgende Struktur:



15

$R_1 = -NH_2,$
 $-NH-CHR_2-OR_3,$
 $-N[CHR_2-O-R_3]_2,$
 $-CH_3,$
 $-C_3H_7,$
 $-C_6H_5,$
 $-OH,$
 $-NH-CHR_2-O-R_4-OH,$
 $-NH-CHR_2-O-R_4-O-CHR_2-NH-,$

20

25

$-NH-CHR_2-NH-$
 $-NH-CHR_2-O-CHR_2-NH-$
 Phthalimido-, Succinimido

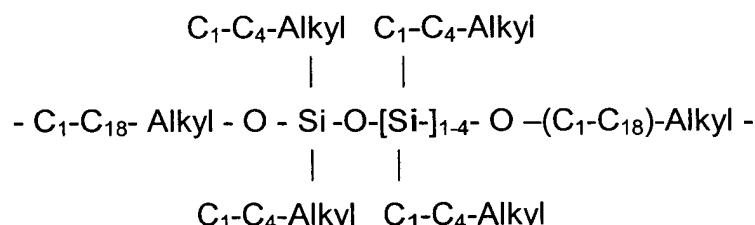
30

$R_2 = H \text{ oder } C_1-C_7\text{-Alkyl};$
 $R_3 = C_1-C_{18}\text{-Alkyl; } -H,$
 $R_4 = C_2-C_{18}\text{-Alkylen,}$
 $-CH(CH_3)-CH_2-O-(C_2-C_{12})\text{-Alkylen-O-CH}_2-CH(CH_3)-,$
 $-CH(CH_3)-CH_2-O-(C_2-C_{12})\text{-Arylen-O-CH}_2-CH(CH_3)-,$
 $-[CH_2-CH_2-O-CH_2-CH_2]_n-,$
 $-[CH_2-CH(CH_3)-O-CH_2-CH(CH_3)]_n-,$
 $-[O-CH_2-CH_2-CH_2-CH_2]_n-,$
 $-[(CH_2)_{2-8}-O-CO-(C_6-C_{14})\text{-Arylen-CO-O-(CH}_2)_{2-8}]_n-,$
 $-[(CH_2)_{2-8}-O-CO-(C_2-C_{12})\text{-Alkylen-CO-O-(CH}_2)_{2-8}]_n-,$

35

wobei $n = 1 \text{ bis } 200;$

- 40
- Siloxangruppen enthaltende Sequenzen des Typs



- Siloxangruppen enthaltende Polyestersequenzen des Typs

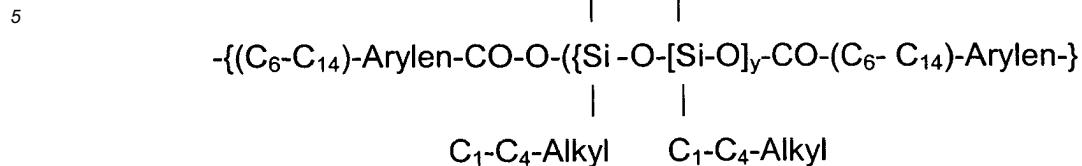
55

$-\{(X)_r-O-CO-(Y)_s-CO-O-(CH_2)_{2-8}\}$

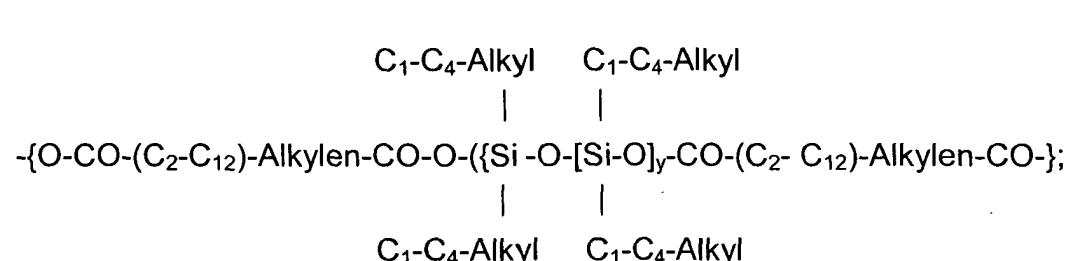
oder

EP 1 403 405 A2

X ={(CH₂)₂₋₈-O-CO-(C₆-C₁₄)-Arylen-CO-O-(CH₂)₂₋₈} oder {(CH₂)₂₋₈-O-CO-(C₂-C₁₂)-Alkylen-CO-O-(CH₂)₂₋₈};
 Y=

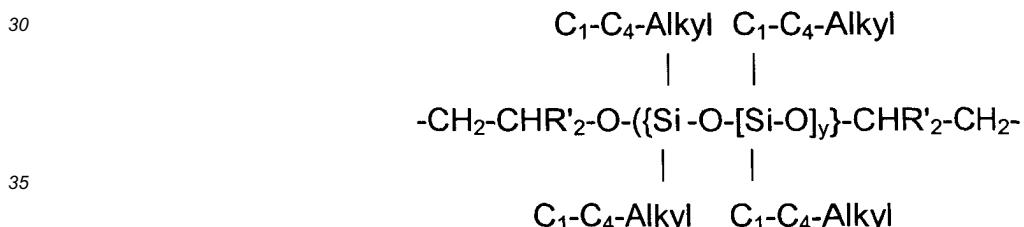


oder



25 r = 1 bis 70; s = 1 bis 70 und y = 3 bis 50 bedeuten;

- Siloxangruppen enthaltende Polyethersequenzen des Typs



40 wobei R'₂ = H; C₁-C₄-Alkyl und y = 3 bis 50 bedeuten;

- Sequenzen auf Basis von Alkylenoxidaddukten des Melamins vom Typ

45 2-Amino-4,6-di-(C₂-C₄)-alkylenamino-1,3,5-triazin - Sequenzen

- Phenolethersequenzen auf Basis zweiwertiger Phenole und (C₂-C₈)-Diolen vom Typ

50 -(C₂-C₈)-Alkylen-O-(C₆-C₁₈)-Arylen-O-(C₂-C₈)-Alkylen- Sequenzen

[0015] Die Definitionen der Substituenten R₁ bis R₄ mit ihren jeweiligen Alternativen werden auch im folgenden verwendet.

[0016] Unter Triazinen werden aromatische Stickstoff-Heterozyklen der Summenformel C₃H₃N₃ mit drei Stickstoffatomen im 6-Ring verstanden. Unter Triazinsegmenten werden hier von den Triazinen abgeleitete Teile eines hier beschreibenden Netzwerkes verstanden.

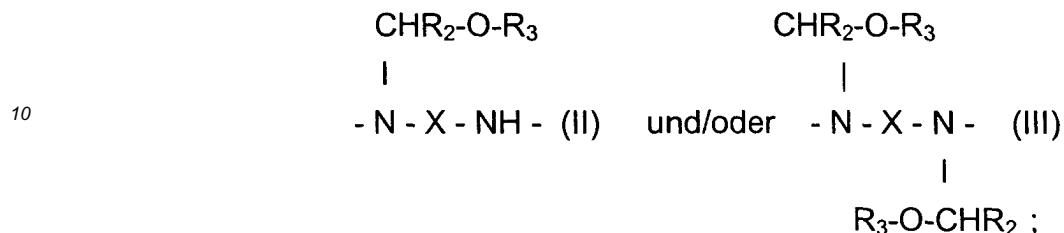
[0017] Mit Vorteil sind die Triazinsegmente in den Oligotriazinethern durch Brückenglieder zu 4- bis 18-Kern-Oligotriazinethern mit linearer und/oder verzweigter Struktur verknüpft. Bevorzugt bilden die Brückenglieder bei linearer Verknüpfung der Triazinsegmente mindestens einen der Typen (I) bis (III). Die dargestellten endständigen Stickstoffa-

EP 1 403 405 A2

tome entsprechen den zum Triazin zugehörigen Stickstoffatomen.

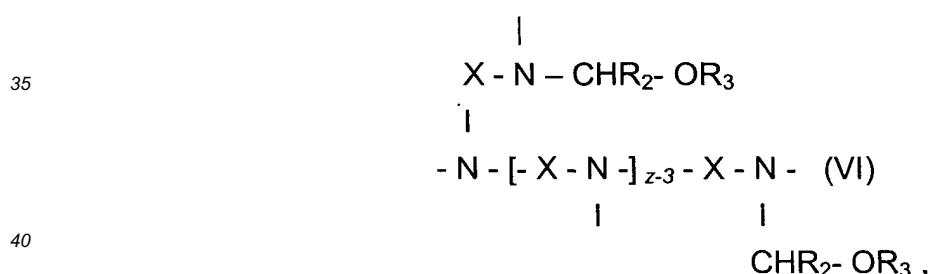
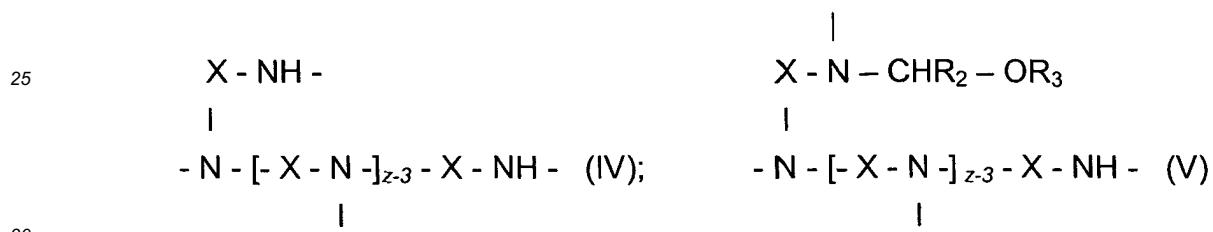
- NH - X - NH- (I),

5



15

wobei $\text{X} = \text{CHR}_2$ und gegebenenfalls $\text{CHR}_2\text{-O-CHR}_2$ ist
 und bevorzugt die Brückenglieder bei verzweigter Struktur ($z > v + 2$; z = Zahl der verknüpften Triazinringe; v = Zahl
 20 der Verzweigungspunkte) sowohl Brückenglieder vom Typ (I) bis (III) in den linearen Kettensegmenten als auch min-
 destens ein der die im folgenden dargestellten Brückenglieder vom Typ (IV) bis (VII) in den durchgängig verzweigten
 Kettensegmenten ($z = v + 2$) sind

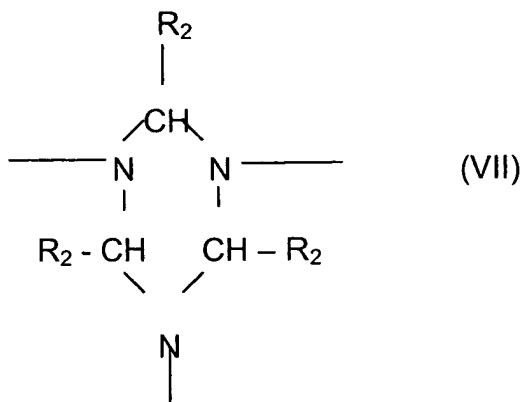


wobei $\text{X} = \text{CHR}_2$ und gegebenenfalls $\text{CHR}_2\text{-O-CHR}_2$ ist,

45

50

55



$R_2 = H$ oder C_1-C_7 - Alkyl;

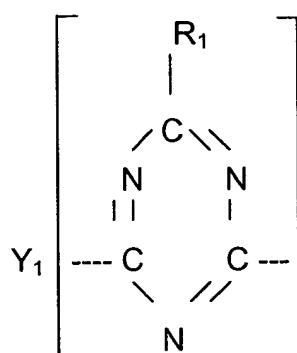
$R_3 = C_1-C_{18}$ - Alkyl; H,

[0018] Der Substituent R_3 in den Triazinsegmenten und/oder Oligotriazinethern ist fast ausschließlich C_1-C_{18} - Alkyl.

20 Bevorzugt beträgt in den Oligotriazinethern das Molverhältnis Ethergruppen : Triazinsegmente 1:2 bis 4,5:1.

[0019] Oligotriazinether, mit den Brückengliedern $X = CHR_2 - O - CHR_2$, können mit bis zu 35 Masse% in den Formmassen aus Triazinsegmenten enthaltenden Polymeren enthalten sein.

25 [0020] Die Triazinsegmente können in den Polytriazinethern durch Brückenglieder $-NH-CHR_1-NH-$, und/oder $-NH-CHR_1-O-R_3-O-CHR_1$ und/oder $-NH-NH-CHR_1-O-CHR_1-NH-$ zu 20- bis 1000-Kern-Polytriazinethern mit linearer und/oder verzweigter Struktur verknüpft sein, wobei in den Polytriazinethern das Molverhältnis der Substituenten R_3 ; $R_4 = 20:1$ bis $1:20$ betragen kann, wobei vorteilhafterweise die endständigen Triazinsegmente in den Polytriazinethern folgende Struktur aufweisen:



$Y_1 = -NH-CHR_2-O-R_3,$
 $-NH-CHR_2-O-R_4-OH$

45 [0021] Der Anteil der Verknüpfungen der Triazinsegmente durch die Brückenglieder $-NH-CHR_3-O-R_4-O-CHR_3-NH-$ beträgt dabei 5 bis 95 Mol%.

[0022] Die Aminoplast-Polymeren können zusätzlich zu den Oligo- oder Polytriazinethern gegebenenfalls bis zu 20 Masse% weitere reaktive Polymere vom Typ Ethylen-Copolymere, Maleinsäure-anhydrid-Copolymere, modifizierte Maleinsäure-anhydrid-Copolymere, Poly(meth)acrylate, Polyamide, Polyester und/oder Polyurethane enthalten.

50 [0023] In einer vorteilhaften Ausführungsform enthalten die Aminoplast-Polymeren bis zu 20 Masse% Diole vom Typ $HO-R_3-OH$ sowie bis zu 2 Masse% Stabilisatoren, UV-Absorber und/oder Hilfsstoffe, enthalten.

[0024] Die Aminoplast-Polymeren können vor ihrer Verarbeitung zu den erfindungsgemäßen Endlosfäden als Formmasse, beispielsweise in Form von zylindrischen, linsenförmigen, pastillenförmigen oder kugelförmigen Partikeln mit einem mittleren Durchmesser von 0,5 bis 8 mm vorliegen.

55 [0025] Die Aminoplast-Polymeren enthalten für die Herstellung der erfindungsgemäßen Endlosfäden 4- bis 8-Kern-Oligotriazinether, die 4 bis 8 Triazinzyklen im Makromolekül enthalten oder 30- bis 300-Kern-Polytriazinether, die 30 bis 300 Triazinzyklen im Makromolekül aufweisen. Häufig weisen dabei die Oligo- und Polytriazinether $R_2 = H$ auf.

[0026] Unter Oligotriazinether werden hier Moleküle verstanden, die zwischen 4 und 18 Triazinzyklen im Makromolekül enthalten. Mit Polytriazinether werden Moleküle bezeichnet, die mehr als 18 Triazinzyklen im Makromolekül enthalten.

[0027] Für die Herstellung der Endlosfäden können Aminoplast-Polymeren, die hauptsächlich Oligotriazinether enthalten oder auch solche, die hauptsächlich Polytriazinether enthalten oder auch solche, die sowohl Oligo- als auch Polytriazinether enthalten, verwendet werden.

[0028] Die Aminoplast-Polymeren enthalten entweder hauptsächlich Oligo- oder hauptsächlich Polytriazinether, wobei Triazinether mit gleichem oder unterschiedlichem Substituenten R₁ enthalten sein können.

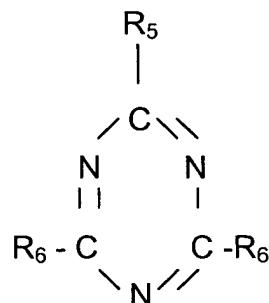
[0029] Für die erfundungsgemäßen Endlosfäden werden Aminoplast-Polymeren mit hohen Molmassen verwendet. Dabei liegen die Molmassen zwischen 1000 und 15000 g/mol, insbesondere zwischen 6000 und 7000 g/mol. Dabei ist im allgemeinen die Viskosität der Aminoplast-Polymeren umso höher, je höher die Kondensatgrößen und damit die Molmassen sind.

[0030] Die für die erfundungsgemäßen Endlosfäden verwendeten Aminoplast-Polymeren werden beispielsweise durch Kondensation von C₁-C₈-Aldehyden mit Triazinderivaten der Struktur

15

20

25



R₅ = -NH₂, -CH₃,
-C₃H₇,
-C₆H₅,
-OH,
Phthalimido-, Succinimido-,

30

35

erhalten. Die Definitionen der Substituenten R₅ und R₆ mit den jeweiligen Alternativen werden im Folgenden weiter verwendet.

[0031] Als Triazinderivat wird Melamin, Acetoguanamin und/oder Benzoguanamin verwendet. Als Aldehydkomponente wird Formaldehyd, Acetaldehyd und/oder Trimethylolacetaldehyd verwendet. Das Molverhältnis Triazinderivat : Aldehyd beträgt 1:1 bis 1:5.

[0032] Es werden besonders Vorkondensate von Melamin und Formaldehyd mit einem Molverhältnis Melamin : Formaldehyd von 1:2,5 bis 1:3,5 verwendet.

[0033] Das Molverhältnis Triazinderivat : Aldehyd beträgt zumeist 1:1 bis 1:5.

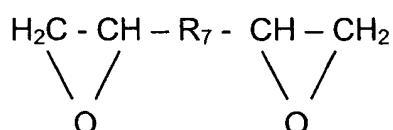
[0034] Anschließend wird das erhaltenen Triazin-Aldehyd-Vorkondensate mit C₁-C₁₈-Alkoholen vollständig oder teilweise verethert, etwa mit C₁-C₄-Alkoholen.

[0035] Die nach der Veretherung erhaltenen C₁-C₈-alkyl-oxa-C₁-C₈-alkylen-amino-substituierten Triazinderivate werden anschließend partiell umgeethert. Dabei erfolgt die Umetherung mit C₄-C₁₈-Alkoholen und/oder Diolen vom Typ HO-R₅-OH und/oder mehrwertigen Alkoholen.

[0036] Weiterhin werden die veretherten Vorkondensate, gegebenenfalls nach der Umetherung, durch partielle Umsetzung mit Bisepoxiden vom Typ

50

55



R₇ = -CH₂-O-(C₂-C₁₂)-Alkylen-O-CH₂-, -CH₂-O-(C₆-C₁₄)-Arylen-O-CH₂-, insbesondere in Gegenwart von C₅-C₁₈-Alkoholen, umgesetzt.

[0037] Das Molverhältnis der C₁-C₈-alkyl-oxa-C₁-C₈-alkylen-amino- substituierten Triazinderivate / Diol und/oder Bisepoxid beträgt 20:1 bis 1,1:1.

5 [0038] Die für die Veretherung zumeist verwendeten Alkohole sind Methanol und/oder Butanol.

[0039] Die für die Umetherung verwendeten Alkohole sind Butanol, Ethylhexanol, Octylalkohol, Laurylalkohol, Stearylalkohol und/oder C₅-C₁₈-Aminoalkohole.

10 [0040] Die für die Umetherung verwendeten Diole sind Polyethylenglycole, Polypropylenglycole und/oder Polytetrahydrofuran mit Molmassen von 500 bis 5000, Ester und/oder Polyester von Dicarbonsäuren und/oder Diole mit Siloxangruppen enthaltenden Sequenzen.

[0041] Die für die Umetherung verwendeten mehrwertigen Alkohole sind Glycerin und/oder Erythrit und/oder deren Mischungen mit zweiwertigen Alkoholen.

[0042] Die für die Umetherung verwendeten Bisepoxide sind Ethylenglycoldiglycidether, Octandioldiglycidether, Hydrochinondiglycidether und/oder Diphenylopropandiglycidether.

15 [0043] C₅-C₁₈-Alkohole, in deren Gegenwart die Umetherung durchgeführt wird, sind Amylalkohol, Hexenylalkohol, Octylalkohol und/oder Stearylalkohol.

[0044] Die Oligo- und/oder Polytriazinether enthaltenden Aminoplast-Polymeren sind löslich in polaren Lösungsmitteln vom Typ C₁-C₁₀-Alkohol, Dimethylformamid oder Dimethylsulfoxid in Konzentrationen bis etwa 60 Masse%.

20 [0045] Die Löslichkeit der Aminoplast-Polymeren in den genannten Lösungsmitteln ist einer der Gründe, warum herkömmliche Fadenbildungsverfahren, wie beispielsweise das bei hydrophilen Aminoplastharzen übliche Fadenspinnen aus der Harzlösung, bei den Oligo- und/oder Polytriazinether enthaltenden Aminoplast-Polymeren aus ökonomischen Gründen hier nicht sinnvoll ist, da während des Fadenbildungprozesses große Mengen der Lösungsmittel durch Verdampfen freigesetzt würden. Darüber hinaus würde durch die freiwerdenden Lösungsmittel das Fadenziehvermögen der Aminoplast-Polymeren rapide herabgesetzt.

25 [0046] Aus diesen Gründen ist die Herstellung der erfindungsgemäßen qualitativ hochwertigen Endlosfäden aus Lösungen von Oligo- und/oder Polytriazinether enthaltenden Aminoplast-Polymeren mit den bekannten Spinnverfahren nicht möglich.

[0047] Ein entscheidendes Kriterium für die erfindungsgemäßen Endlosfäden ist deren Herstellung aus der Aminoplast-Polymer-Schmelze durch ein spezielles Schmelzespinn-Verfahren.

30 [0048] Für die bevorzugte Herstellung der erfindungsgemäßen Endlosfäden kann das Aminoplast-Polymer entweder als Formmasse oder als Aminoplast-Schmelze vorliegen.

[0049] Bevorzugt liegt das Aminoplast-Polymer als Formmasse vor. Dann muss es für die Fadenherstellung aufgeschmolzen werden. Die Schmelzpunkte der Aminoplast-Polymeren liegen bevorzugt bei etwa 70 °C bis 130 °C, insbesondere bei etwa 80 °C bis 120 °C.

35 [0050] In einer anderen bevorzugten Ausführungsform des Verfahrens liegt das Aminoplast-Polymer bereits als Schmelze vor.

[0051] Die Konzentration des Aminoplast-Polymers in der Schmelze beträgt bevorzugt mehr als 90 Gew-%.

40 [0052] Die Aminoplast-Schmelze wird bevorzugt bei einer Temperatur von etwa 70 °C bis 150 °C, insbesondere von etwa 80 °C bis 140 °C und einem Druck von 0,1 bar bis 200 bar, in einer zum Schmelzespinnen geeigneten Spinnvorrichtung verarbeitet.

[0053] Beim Verspinnen wird die Aminoplast-Schmelze bevorzugt durch eine Düse oder eine Düsenschar gedrückt, die an einem Ende der Spinnvorrichtung angeordnet ist, wodurch Aminoplast-Schmelzfäden generiert werden.

45 [0054] Beim Austritt aus den Düsen beträgt der Durchmesser der generierten Schmelzfäden düsenabhängig bevorzugt etwa 0,1 bis 3 mm und die Temperatur der Schmelzfäden etwa 70 °C bis 150 °C, insbesondere etwa 100 °C bis 140 °C.

[0055] Das Verspinnen erfolgt zumeist in vertikaler Richtung von oben nach unten. Es kann jedoch auch in jeder beliebigen anderen Richtung erfolgen.

50 [0056] Vorteilhafterweise werden im Anschluss an das Verspinnen die noch nicht ausgehärteten Aminoplast-Schmelzfäden unter Abkühlung verzogen, wobei als Kühlmedium ein beliebiges inertes Gas dienen kann. Bevorzugt wird die Umgebungsluft verwendet; in erster Linie aus ökonomischen Gründen.

[0057] Das kalte Kühlmedium wird in die Fadenziehstrecke eingeblasen. Das Einblasen kann dabei sowohl parallel als auch senkrecht zur Fadenziehrichtung erfolgen.

55 [0058] Bei einer vorteilhaften Ausgestaltung des Verfahrens erfolgt ein Verziehen der erfindungsgemäßen Endlosfäden bis zum Erreichen des gewünschten Fadendurchmessers. Während des Verziehens der Schmelzfäden verringert sich der Durchmesser der Fäden kontinuierlich. Vorteilhafterweise erfolgt das Verziehen bis zu einem Fadendurchmesser von 0,01 bis 0,5 mm.

[0059] Vorteilhafterweise wird nach und/oder während des Verziehens eine Präparation, insbesondere aliphatische Kohlenwasserstoffe enthaltend, auf die Fäden aufgebracht. Mit besonderem Vorteil sind in der Präparation grenzflä-

chenaktive und/oder eine Schutzschicht bildende und/oder die Härtungsreaktion katalysierende Substanzen gelöst und/oder suspendiert und/oder emulgiert. Dies führt zu einem besseren Fadenschluss und vermeidet Verklebungen. Außerdem beschleunigt es die Vorhärtung.

[0060] Im Anschluss an oder während des Fadenziehungsprozesses wird bevorzugt eine Vorhärtung des Aminoplasten durchgeführt. Diese Vorhärtung erfolgt vorteilhafterweise unter Einwirkung von Härtungskatalysatoren. Der Vorteil der Vorhärtung des Aminoplasten besteht darin, dass sich eine harte Außenschicht um die Aminoplast-Fäden bildet, die bei der Weiterverarbeitung ein Zusammenkleben der einzelnen Fäden des Faserstranges verhindert.

[0061] Bevorzugt verwendete Härtungskatalysatoren sind gasförmiges HCl, gasförmiges HBr, Maleinsäureanhydrid, Essigsäuredämpfe, Ameisensäuredämpfe oder Mischungen dieser Komponenten.

[0062] Mit Vorteil findet das Verziehen und/oder die Vorhärtung in einem temperierten Rohr oder Schacht statt. Besonders vorteilhaft ist es, die Oberfläche der Fäden oder der Fadenschar dabei mit gasförmigem und/oder feinst verteiltem flüssigen und/oder festen, sich insbesondere in einem Trägergas und/oder einem unpolaren Lösungsmittel befindlichen, Härtungskatalysatoren oder Mischungen von Härtungskatalysatoren in Kontakt zu bringen.

[0063] Die Temperatur bei der Vorhärtung ist abhängig von der Durchlaufgeschwindigkeit, dem verwendeten Härtungskatalysator und dessen Konzentration.

[0064] In einer besonders vorteilhaften Ausführung des Verfahrens, bei der der Härtungskatalysator mit der Präparation aufgebracht wird, erfolgt die Vorhärtung durch langsames Erwärmen der spannungsfrei gehaltenen Fäden auf 130 °C.

[0065] Eine weitere vorteilhafte Ausführungsform der Vorhärtung besteht darin, die Vorhärtung mit durch Licht aktivierbare Härter durchgeführt wird. In diesem Fall werden die Härtungskatalysatoren durch Bestrahlung mit einer geeigneten Lichtquelle, wie einer Punktlichtquelle oder einem flächenförmigen Strahler, aktiviert.

[0066] Die Härtungskatalysatoren werden vorteilhafterweise bereits vor dem Verspinnen in die Aminoplast-Schmelze in einer Menge von etwa 0,1 bis 2 Gew-%, insbesondere etwa 0,5 bis 1 Gew-% eingebracht.

[0067] Vorteilhaft für solche durch Licht aktivierbare Härter sind solche, die als Säurebildner substituierte Sulfonsäuregruppen sowie Halogen-substituierte Triazinderivate und Oniumsalze enthalten. Die Bestrahlung und damit der Beginn der Aktivierung der Härtungskatalysatoren kann dabei direkt nach dem Austritt aus der Düse erfolgen.

[0068] Um eine nachteilige Verklebung der Einzelfäden miteinander zu vermeiden, ist es zweckmäßig, die Fäden mit einer Schutzschicht zu versehen. Vorteilhafterweise werden hierzu Lösungen von Metallseigen in aliphatischen Kohlenwasserstoffen, insbesondere Petroleum oder Mineralöl, verwendet.

[0069] Die vorgehärteten Aminoplastfäden können aufgespult und/oder zu einem Strang gebündelt und/oder zu einem Flächengebilde abgelegt werden.

[0070] Vorteilhafterweise schließt sich der Vorhärtung eine endgültige Aushärtung der Aminoplastfäden durch Temperaturerhöhung in Abwesenheit oder Gegenwart mindestens eines Härtungskatalysators an. Dabei kommt es zur Ausbildung von dreidimensionalen Vernetzungen, vorzugsweise durch hydrolysebeständige Methylenbrücken.

[0071] Die endgültige Aushärtung des Aminoplasten erfolgt vorteilhafterweise bei einer Temperatur von etwa 110 °C bis 250 °C, insbesondere einer Temperatur von etwa 160 °C bis 190 °C.

[0072] Die endgültige Aushärtung kann sowohl in kontinuierlicher als auch in diskontinuierlicher Fahrweise erfolgen.

[0073] Eine vorteilhafte Ausgestaltung des Verfahrens stellt die sogenannte "kontinuierliche Fahrweise" dar, bei der die Endtemperatur durch kontinuierliche Temperaturerhöhung erreicht wird. Mit Vorteil erfolgt die endgültige Aushärtung dabei in einem Schacht. Dieser Schacht ist in verschiedene Temperaturzonen unterteilt und wird meist kontinuierlich, in vertikaler Richtung von oben nach unten, durchlaufen.

[0074] Eine weitere vorteilhafte Ausgestaltung des Verfahrens stellt die sogenannte "diskontinuierliche Fahrweise" dar. Bei dieser Methode wird der vorgehärtete Aminoplast-Fäden vorteilhafterweise durch Diskontinuierliche Temperaturerhöhung, also schrittweises Anheben der Temperatur, beispielsweise in einem Heizschränk, ausgehärtet.

[0075] Die nach der endgültigen Aushärtung erhaltenen erfindungsgemäßen Endlosfäden weisen vorteilhafterweise einen runden Querschnitt von etwa 0,005 bis 0,5 mm, insbesondere etwa 0,01 bis 0,1 mm. auf.

[0076] Der Vorteil dieser Aushärtung besteht darin, dass die Endlosfäden danach problemlos gelagert werden können. So können sie z. B. auf Spulen aufgewunden oder auch zu Flächengebilden verarbeitet und anschließend jeder beliebigen Verwendung zugeführt werden.

[0077] Einer der Vorteile der erfindungsgemäßen Endlosfäden liegt darin, dass sie eine ausgezeichnete Hydrolysebeständigkeit aufweisen. Im Gegensatz zu den bei der Vernetzung von hydrophilen Aminoplastharzen bevorzugt gebildeten Dimethylenetherbrücken erfolgt die dreidimensionale Vernetzung bei den erfindungsgemäßen Endlosfäden aus Oligo- und/oder Polytriazinether enthaltende Aminoplast-Polymeren vorzugsweise über die Ausbildung von hydrolysebeständigen Methylenbrücken.

[0078] Ein weiterer Vorteil der erfindungsgemäßen Endlosfäden sind deren hohe Dimensionsstabilität bei gleichzeitig exzellenter Flammfestigkeit, da die Fäden unerwarteterweise ohne Zusatz von Komponenten wie beispielsweise Polyvinylalkohol herstellbar sind. Solche Komponenten, die bei der Herstellung von herkömmlichen Aminoplastfasern oft, auch im Hinblick auf die Verarbeitbarkeit, zugesetzt werden müssen, verbessern zwar die mechanischen Eigen-

schaften, beeinflussen die Flammfestigkeit jedoch im negativen Sinn.

[0079] Darüber hinaus liegt ein besonders entscheidender Vorteil der erfindungsgemäßen Endlosfasern in den Verarbeitungseigenschaften während deren Herstellung.

[0080] Unerwarteterweise ist es möglich, die erfindungsgemäßen Aminoplast-Fäden durch ein Schmelzespinnverfahren herzustellen.

[0081] Da herkömmliche Aminoplaste oberhalb ihrer Schmelztemperatur rasch zu Duroplasten aushärten, ist eine thermoplastische Verarbeitbarkeit, wie dies bei thermoplastischen Polymeren möglich ist, nicht zu erwarten

[0082] Tatsächlich werden die bislang bekannten Aminoplastharz-Fäden ausschließlich durch Verspinnen aus der Aminoplastharz-Lösung hergestellt, wobei meist noch Zusätze sowohl für die Gewährleistung einer ausreichenden Lösungs-Stabilität bis zu ihrer Verarbeitung, als auch für das Erreichen einer zufriedenstellenden Spinngeschwindigkeit nötig sind.

[0083] Unerwarteterweise wurde nun gefunden, dass die erfindungsgemäßen Aminoplast-Fäden ausgehend von einer Aminoplast-Schmelze hergestellt werden können. Dabei ist es nicht nötig, die Schmelze stabilisierende oder die Spinngeschwindigkeit erhöhende Zusätze beizumengen.

[0084] Die Vorteile des Schmelzespinnverfahrens gegenüber dem Verspinnen aus der Harzlösung heraus sind dabei beträchtlich. Zum einen wird das energetisch aufwendige und aus Umweltschutzgründen bedenkliche Abdampfen großer Lösungsmittelmengen vermieden. Zum anderen wird durch das Vorhandensein eines thermoplastischen Verarbeitungsbereiches größere Flexibilität bei der Wahl der Verarbeitungsbedingungen, insbesondere der Temperaturen, ermöglicht. So muss der Härtungskatalysator beispielsweise nicht bereits vor dem Fadenbildungsprozess zugegeben werden, was bei den herkömmlichen Lösungsspinnverfahren nur sehr eingeschränkte Verarbeitungstemperaturbereiche vor dem Verspinnen ermöglicht.

[0085] Aufgrund ihrer ausgezeichneten Eigenschaften sind die erfindungsgemäßen Endlosfäden sehr vielseitig verwendbar. Anwendungsmöglichkeiten sind die Herstellung von hydrolysebeständigen und flammfesten Geweben, Ge- wirken und Vliesen sowie die Verwendung als Armierungsmaterial zur Herstellung von Verbundwerkstoffen.

[0086] Im folgenden werden beispielhaft einige Ausführungsformen der Erfindung dargelegt.

Beispiel 1

[0087] Ein durch Umsetzung von Melamin mit Formaldehyd und anschließender Veretherung mit Methanol hergestelltes Aminoplastpolymer mit einer Viskosität von 96 Pa*s bei 135 °C und einer Molmasse von $M_w = 6200$, wird in einem Doppelschneckenextruder (Reolab der Firma Haake) bei einer Blocktemperatur von 135 °C aufgeschmolzen und die Schmelze durch eine auf 121 °C erwärmte Düse mit einem Lochdurchmesser von 750 µm gedrückt. Der dabei generierte Schmelzefaden wird mit einer Geschwindigkeit von 120 m/min abgezogen und auf eine Spule, deren Umfang 1 m beträgt, aufgewunden. Durch den beim Spinnvorgang eintretenden Verzug reduziert sich der Fadendurchmesser auf ca. 40 µm. Das gebildete Fadenbündel wird in einer Vorhärtungskammer 3 Stunden bei 55 °C einer trockenen N₂-Atmosphäre, die 0,003 % HCl-Gas enthält, ausgesetzt und dadurch vorgehärtet. Anschließend erfolgt die thermische Durchhärtung in diskontinuierlicher Fahrweise, indem man die Fäden in Schritten von 10 °C und einer Verweilzeit von 2 Stunden pro Temperaturinstellung von 60 °C auf 160 °C erwärmt. Nach dem Aushärten werden stabile Fäden mit einem runden Querschnitt und einem Titer von 15 dtex erhalten, deren Dehnung ca. 4 % und deren feinheitsbezogene Reißkraft ca. 9 cN/tex beträgt.

Beispiel 2

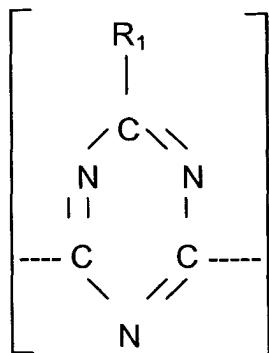
[0088] In die Schmelze eines durch Umsetzung von Melamin mit Formaldehyd und anschließender Veretherung mit Methanol hergestelltes Aminoplastpolymer mit einer Viskosität von 72 Pa*s bei 120 °C und einer Molmasse $M_w = 2800$, werden bei 110 °C 1 % des UV-Härters Triazin A, der bei UV-Einwirkung HCl freisetzt, eingearbeitet und das entstandene Gemisch nach dem Abkühlen und Erstarren zu einem groben Pulver verarbeitet. Anschließend wird dieses Pulver in einem Doppelschneckenextruder (Reolab der Firma Haake) bei einer Blocktemperatur von 120 °C aufgeschmolzen und die Schmelze durch eine auf 111 °C erwärmte Düse mit einem Lochdurchmesser von 500 µm gedrückt. Der dabei generierte Schmelzefaden wird mit einer Geschwindigkeit von 180 m/min abgezogen und auf eine Spule, deren Umfang 1 m beträgt, aufgewunden. Durch den beim Spinnvorgang eintretenden Verzug reduziert sich der Fadendurchmesser auf ca. 27 µm. Nach ca. 10 Minuten wird das gebildete Fadenbündel in ein 2 % Kalziumstearat enthaltenes Paraffinöl eingelegt und solange der Strahlung einer Quecksilberdampflampe ausgesetzt, bis die Fäden eine deutliche Gelbfärbung zeigen und somit vorgehärtet sind. Anschließend erfolgt die Aushärtung, indem man die im Paraffinbad eingelegten Fäden in Schritten von 20 °C und einer Verweilzeit von 1 Stunde pro Temperaturinstellung von 40 °C auf 120 °C erwärmt. Nach dem Auswaschen des Paraffinöls mit Petrolther und dem Spülen für 1 Stunde mit 40 °C warmem, netzmittelhaltigem Wasser, werden stabile Fäden mit einem runden Querschnitt und einem Titer von 6,4 dtex erhalten, deren Dehnung ca. 4 % und deren feinheitsbezogene Reißkraft ca. 12 cN/tex beträgt.

Beispiel 3

[0089] Ein durch Umsetzung von Melamin mit Formaldehyd und anschließender Veretherung mit Methanol hergestelltes Aminoplastpolymer mit einer Viskosität von 28000 Pa*s bei 110 °C und einer Molmasse von $M_w = 5000$, wird in einem Doppelschneckenextruder (Reolab der Firma Haake) bei einer Blocktemperatur von 135 °C aufgeschmolzen und die Schmelze durch eine auf 121 °C erwärmte Düse mit einem Lochdurchmesser von 1000 µm gedrückt. Der dabei generierte Schmelzefaden wird mit einer Geschwindigkeit von 600 m/min abgezogen und nach dem Düsenaustritt eine Präparation bestehend aus Petroleum, das 0,2% Hexadecylaminhydrochlorid und 0,2% HCl enthält, aufgebracht. Durch den beim Spinnvorgang eintretenden Verzug reduziert sich der Fadendurchmesser auf ca. 20 µm. Die spannungsfrei gehaltenen so generierten Fäden werden langsam auf 80°C erwärmt und dadurch vorgehärtet. Anschließend erfolgt die thermische Durchhärtung in diskontinuierlicher Fahrweise, indem man die Fäden in Schritten von 20°C und einer Verweilzeit von 1 Stunde pro Temperatureinstellung von 80 °C auf 160°C erwärmt. Nach dem Auswaschen des Paraffinöls mit Petrolether und dem Spülen für 1 Stunde mit 40 °C warmem, netzmittelhaltigem Wasser, werden stabile Fäden mit einem runden Querschnitt und einem Titer von 2,7 dtex erhalten, deren Dehnung ca. 12 % und deren feinheitsbezogene Reißkraft ca. 18 cN/tex beträgt.

Patentansprüche

- 20 1. Endlosfäden,
herstellbar durch,
das Schmelzen von Oligo- und/oder Polytriazinether enthaltenden Aminoplast-Polymeren.
- 25 2. Endlosfäden nach Anspruch 1,
gekennzeichnet durch Oligo- und/oder Polytriazinether enthaltend Triazinsegmente mit folgender Struktur



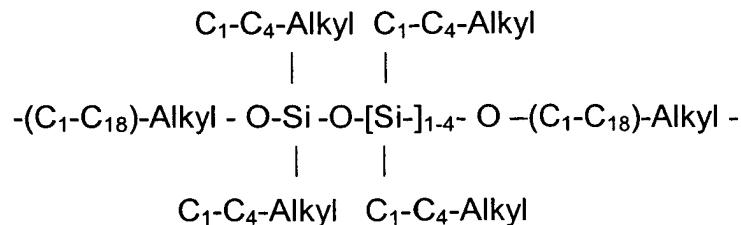
- 30 $R_1 = -NH_2,$
 $-NH-CHR_2-OR_3,$
 $-N[CHR_2-O-R_3]_2,$
 $-CH_3,$
 $-C_3H_7,$
 $-C_6H_5,$
 $-OH,$
 $-NH-CHR_2-O-R_4-OH,$
 $-NH-CHR_2-O-R_4-O-CHR_2-NH-,$
 $-NH-CHR_2-NH-$
 $-NH-CHR_2-O-CHR_2-NH-$
 Phthalimido-, Succinimido-
- 40 $R_2 = H$ oder C_1-C_7 -Alkyl;
 $R_3 = C_1-C_{18}$ -Alkyl; H,
 $R_4 = C_2-C_{18}$ -Alkylen,
 $-CH(CH_3)-CH_2-O-(C_2-C_{12})$ -Alkylen-O- $CH_2-CH(CH_3)-$,
 $-CH(CH_3)-CH_2-O-(C_2-C_{12})$ -Arylen-O- $CH_2-CH(CH_3)-$,
 $-[CH_2-CH_2-O-CH_2-CH_2]_n-$,

EP 1 403 405 A2

-[CH₂-CH(CH₃)-O-CH₂-CH(CH₃)]_n, -[-O-CH₂-CH₂-CH₂-CH₂]_n-, -[(CH₂)₂₋₈-O-CO-(C₆-C₁₄)-Arylen-CO-O-(CH₂)₂₋₈]_n-, -[(CH₂)₂₋₈-O-CO-(C₂-C₁₂)-Alkylen-CO-O-(CH₂)₂₋₈]_n-,

5 wobei $n = 1$ bis 200;

- Siloxangruppen enthaltende Sequenzen des Typs

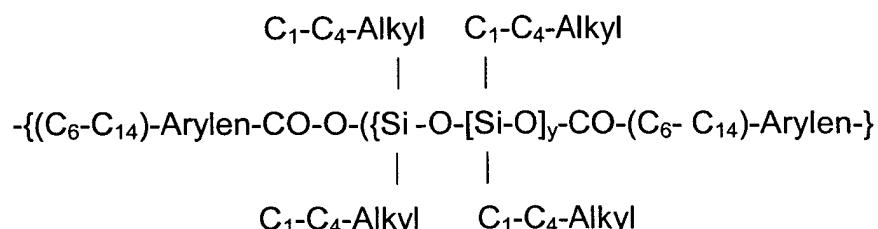


- Siloxangruppen enthaltende Polyestersequenzen des Typs

20 -[(X)-O-CO-(Y)-CO-O-(X)]-

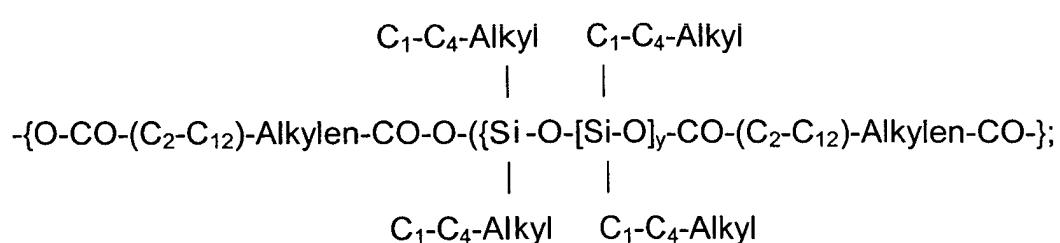
bei denen

25 X = { $(CH_2)_{2-8}-O-CO-(C_6-C_{14})$ -Arylen-CO-O- $(CH_2)_{2-8}-$ } oder -{ $(CH_2)_{2-8}-O-CO-(C_2-C_{12})$ -Alkylen-CO-O-
 $(CH_2)_{2-8}$ };
 $\vee -$



35

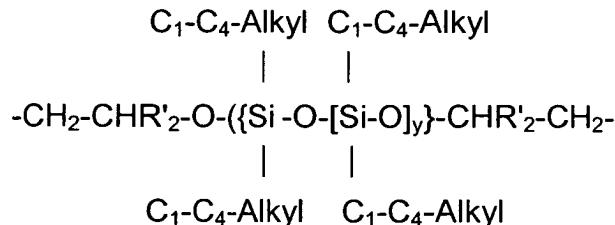
oder



50 wobei $r = 1$ bis 70 ; $s = 1$ bis 70 und $y = 3$ bis 50 bedeuten;

- Siloxangruppen enthaltende Polyethersequenzen des Typs

55



5

10

wobei $\text{R}'_2 = \text{H}$; $\text{C}_1\text{-C}_4\text{-Alkyl}$ und $y = 3$ bis 50 bedeuten;

- Sequenzen auf Basis von Alkylenoxidaddukten des Melamins vom Typ

15

2-Amino-4,6-di-($\text{C}_2\text{-C}_4$)alkylenamino-1,3,5-triazin - Sequenzen

20

- Phenolethersequenzen auf Basis zweiseitiger Phenole und $\text{C}_2\text{-C}_8$ -Diolen vom Typ

25

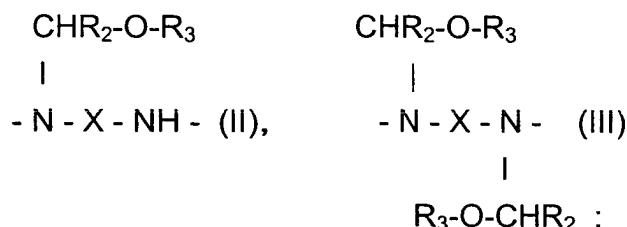
$-(\text{C}_2\text{-C}_8)\text{Alkylen-O-(C}_6\text{-C}_{18})\text{-Arylen-O-(C}_2\text{-C}_8)\text{-Alkylen-Sequenzen}$

3. Endlosfäden nach Anspruch 1 oder 2,
gekennzeichnet durch Oligotriazinether mit 4 bis 18 Kernen oder Polytriazinether mit 19 bis 1000 Kernen, jeweils mit linearer und/oder verzweigter Verknüpfung.
4. Endlosfäden nach Anspruch 2 oder 3,
dadurch gekennzeichnet, dass die Brückenglieder bei linearer Verknüpfung der Triazinsegmente mindestens einen der Typen (I) bis (III) bilden

30

$-\text{NH-X-NH-}$ (I),

35



40

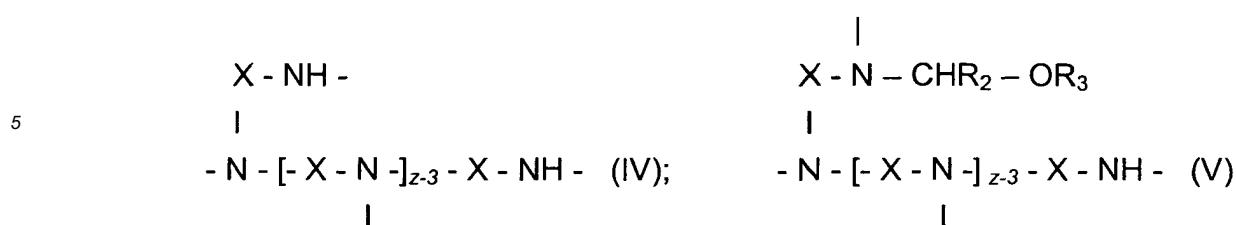
45

wobei $\text{X} = \text{CHR}_2$ oder $\text{CHR}_2\text{-O-CHR}_2$ ist.

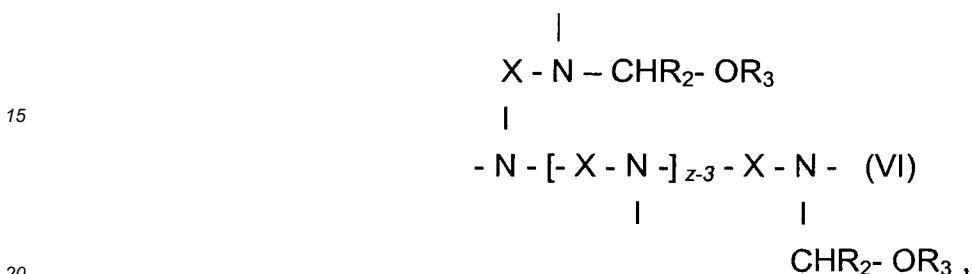
50

5. Endlosfäden nach mindestens einem der Ansprüche 2 bis 4,
dadurch gekennzeichnet, dass die Brückenglieder bei verzweigter Struktur sowohl Brückenglieder von Typ (I) bis (III) in den linearen Kettensegmenten als auch mindestens ein Brückenglied vom Typ (IV) bis (VII) in den durchgängig verzweigten Kettensegmenten enthalten

55



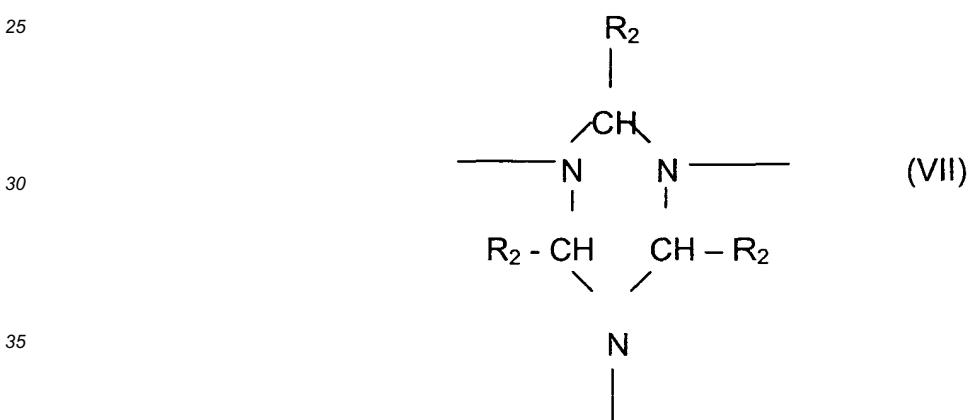
10



15

20

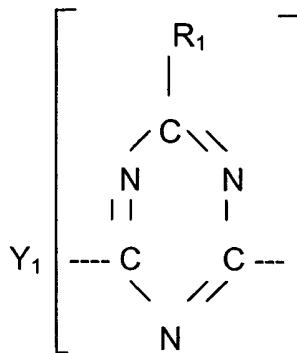
wobei X = CHR₂ und gegebenenfalls CHR₂ - O - CHR₂ ist,

40 R₂ = H oder C₁-C₇ - Alkyl;R₃ = C₁-C₁₈ - Alkyl; H;

z = hier Zahl der verknüpften Triazinringe.

- 45 6. Endlosfäden nach mindestens einem der vorangehenden Ansprüche,
dadurch gekennzeichnet, dass in den Oligotriazinethern das Molverhältnis Ethergruppen:Triazinsegmente 1:2 bis 4,5:1 beträgt.
7. Endlosfäden mindestens einem der vorangehenden Ansprüche,
dadurch gekennzeichnet, dass die endständigen Triazinsegmente in den Polytriazinethern folgende Struktur aufweisen

55



15 $Y_1 = -\text{NH-CHR}_2\text{-O-R}_3,$
 $-\text{NH-CHR}_2\text{-O-R}_4\text{-OH}$

- 20 8. Endlosfäden nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche,
 dadurch gekennzeichnet, dass die Aminoplast-Polymeren bis zu 20 Masse-% Diole vom Typ HO-R₃-OH sowie
 bis zu 2 Masse-% Stabilisatoren, UV-Absorber und/oder Hilfsstoffe, enthalten.
- 25 9. Verfahren zur Herstellung von Endlosfäden mit Oligo- und/oder Polytriazinether enthaltenden Aminoplast-Poly-
 meren, insbesondere für Endlosfäden nach einem der Ansprüche 2 bis 8,
 dadurch gekennzeichnet, dass das Verfahren ein Schmelzespinn-Verfahren ist.
- 30 10. Verfahren nach Anspruch 9,
 dadurch gekennzeichnet, dass das Aminoplast-Polymer als Formmasse vorliegt.
- 35 11. Verfahren nach Anspruch 10,
 dadurch gekennzeichnet, dass die als Formmasse vorliegenden Aminoplast-Polymeren bei etwa 70 °C bis 130 °C, insbesondere bei etwa 80 °C bis 120 °C, geschmolzen werden.
- 40 12. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 9 bis 11,
 dadurch gekennzeichnet, dass das Aminoplast-Polymer in Form einer Aminoplast-Schmelze vorliegt.
- 45 13. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 9 bis 12,
 dadurch gekennzeichnet, dass die Konzentration des Aminoplast-Polymer in der Schmelze mindestens 90 Gew-% beträgt.
- 50 14. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 9 bis 13,
 dadurch gekennzeichnet, dass das Schmelzespinnen bei einer Temperatur von etwa 70 °C bis 150 °C, insbe-
 sondere bei einer Temperatur von etwa 80 °C bis 140 °C, und einem Druck von etwa 0,1 bis 200 bar durchgeführt wird.
- 55 15. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 9 bis 14,
 dadurch gekennzeichnet, dass die Aminoplast-Schmelze durch eine Düse oder eine Düsenstrahl gedrückt wird.
- 60 16. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 9 bis 15,
 dadurch gekennzeichnet, dass die Aminoplast-Schmelze weitere Zusatzstoffe, insbesondere Härtungskataly-
 satoren, enthält.
- 65 17. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 9 bis 16,
 dadurch gekennzeichnet, dass Schmelzfäden mit einem Durchmesser von etwa 0,1 bis 3 mm und einer Tem-
 peratur von etwa 70 °C bis 150 °C, insbesondere etwa 100 °C bis 140 °C, generiert werden.
- 70 18. Verfahren nach Ansprache 17,
 dadurch gekennzeichnet, dass die Aminoplast-Schmelzfäden in Gegenwart eines chemisch inerten Kühlme-
 diums unter Abkühlung verzogen werden.

19. Verfahren nach Anspruch 17 oder 18,
dadurch gekennzeichnet, dass als Kühlmedium Umgebungsluft dient.
- 5 20. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 9 bis 19,
dadurch gekennzeichnet, dass ein Verziehen bis zum Erreichen des gewünschten Fadendurchmessers erfolgt.
- 10 21. Verfahren nach Anspruch 20,
dadurch gekennzeichnet, dass das Verziehen bis zu einem Fadendurchmesser von 0,01 bis 0,5 mm erfolgt.
- 15 22. Verfahren nach Anspruch 20 und 21,
dadurch gekennzeichnet, dass nach und/oder während des Verziehens eine Präparation, insbesondere enthaltend aliphatische Kohlenwasserstoffe, auf die Fäden aufgebracht wird.
- 20 23. Verfahren nach Anspruch 22,
dadurch gekennzeichnet, dass in den aliphatischen Kohlenwasserstoffen grenzflächenaktive und/oder eine Schutzschicht bildende und/oder die Härtungsreaktion katalysierende Substanzen gelöst und/oder suspendiert und/oder emulgiert sind.
- 25 24. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 20 bis 23,
dadurch gekennzeichnet, dass während und/oder nach dem Verziehen eine Vorhärtung der Fäden durchgeführt wird.
26. Verfahren nach Anspruch 25,
dadurch gekennzeichnet, dass als Härtungskatalysatoren gasförmiges HCl und/oder gasförmiges HBr und/oder Maleinsäureanhydrid und/oder Essigsäuredampf und/oder Ameisensäuredampf verwendet werden.
- 30 27. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 20 bis 26,
dadurch gekennzeichnet, dass das Verziehen und/oder die Vorhärtung in einem temperierten Rohr oder Schacht stattfindet.
- 35 28. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 9 bis 27,
dadurch gekennzeichnet, dass die Oberfläche der Fäden oder der Fadenschar mit gasförmigen und/oder feinst verteilem flüssigen und/oder festen, sich insbesondere in einem Trägergas und/oder einem unpolaren Lösungsmittel befindlichen, Härtungskatalysatoren oder Mischungen von Härtungskatalysatoren, in Kontakt gebracht wird.
- 40 29. Verfahren zur Herstellung von Endlosfäden nach Anspruch 24 bis 28,
dadurch gekennzeichnet, dass bei der Vorhärtung, bei der der Härtungskatalysator mit der Präparation aufgebracht wird, die spannungsfrei gehaltenen Endlosfäden langsam auf 130 °C erwärmt werden.
- 45 30. Verfahren zur Herstellung von Endlosfäden nach Anspruch 24 bis 29,
dadurch gekennzeichnet, dass die Vorhärtung mit durch Licht aktivierbare Härter durchgeführt wird.
31. Verfahren zur Herstellung von Endlosfäden nach Anspruch 25 bis 30,
dadurch gekennzeichnet, dass die Härtungskatalysatoren bereits vor dem Verspinnen in einer Menge von etwa 0,1 bis 2 Gew-%, bevorzugt etwa 0,5 bis 1 Gew-%, in die Aminoplast-Schmelze eingebracht werden.
- 50 32. Verfahren zur Herstellung von Endlosfäden nach mindestens einem der Ansprüche 25 bis 31,
dadurch gekennzeichnet, dass die Härtungskatalysatoren substituierte Sulfonsäuregruppen sowie Halogen-substituierte Triazinderivate und Oniumsalze enthalten.
33. Verfahren zur Herstellung von Endlosfäden nach mindestens einem der Ansprüche 25 bis 32,
dadurch gekennzeichnet, dass die Endlosfäden mit Lösungen von Metallseigen in aliphatischen Kohlenwasserstoffen, insbesondere Petroleum oder Mineralöl, behandelt werden.
- 55 34. Verfahren zur Herstellung von Endlosfäden nach mindestens einem der vorangehenden Ansprüche 9 bis 33,

EP 1 403 405 A2

dadurch gekennzeichnet, dass eine endgültige Aushärtung durch Temperaturerhöhung erfolgt.

35. Verfahren zur Herstellung von Endlosfäden nach Anspruch 34,
dadurch gekennzeichnet, dass die endgültige Aushärtung durch Licht- und/oder Katalysatoreinwirkung erfolgt.

- 5 36. Verfahren zur Herstellung von Endlosfäden nach Anspruch 34 und 35,
dadurch gekennzeichnet, dass die endgültige Aushärtung bei einer Temperatur von etwa 110 °C bis 250 °C, insbesondere bei etwa 160 °C bis 190 °C, erfolgt.

- 10 37. Verfahren zur Herstellung von Endlosfäden nach Anspruch 34 bis 36,
dadurch gekennzeichnet, dass die Endtemperatur durch kontinuierliche Temperaturerhöhung erreicht wird.

- 15 38. Verfahren zur Herstellung von Endlosfäden nach Anspruch 37,
dadurch gekennzeichnet, dass die endgültige Aushärtung in einem Schacht erfolgt.

- 15 39. Verfahren zur Herstellung von Endlosfäden nach mindestens einem der Ansprüche 34 bis 36,
dadurch gekennzeichnet, dass die Endtemperatur durch diskontinuierliche Temperaturerhöhung erreicht wird.

- 20 40. Verfahren zur Herstellung von Endlosfäden nach mindestens einem der Ansprüche 34 bis 39,
dadurch gekennzeichnet, dass die nach der endgültigen Aushärtung erhaltenen Endlosfäden einen runden Querschnitt von bevorzugt etwa 0,005 bis 0,5 mm, insbesondere etwa 0,01 bis 0,1 mm, aufweisen.

- 25 41. Verwendung der Endlosfäden nach mindestens einem der vorangehenden Ansprüche,
gekennzeichnet durch die Herstellung von hydrolysebeständigen und flammfesten Geweben, Gewirken oder Vliesen oder als Armierungsmaterial zur Herstellung von Verbundwerkstoffen.

30

35

40

45

50

55