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

(11) **EP 2 177 651 B1**

(12) **EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT**

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
14.12.2011 Patentblatt 2011/50

(51) Int Cl.:
D01F 6/62 *(2006.01)* ***D01F 6/84*** *(2006.01)*
D01D 5/084 *(2006.01)*

(21) Anmeldenummer: **09012733.3**

(22) Anmeldetag: **08.10.2009**

(54) **Verfahren zur Herstellung von PTT-Fasern mit verbesserter Einkräuselung**

Method for making PTT fibres with improved curling

Procédé pour la manufacture de fibres PTT dotée d'un frisage amélioré

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MK MT NL NO PL PT RO SE SI SK SM TR

(30) Priorität: **15.10.2008 DE 102008051738**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
21.04.2010 Patentblatt 2010/16

(73) Patentinhaber: **TREVIRA GMBH**
86399 Bobingen (DE)

(72) Erfinder:
- **Bernhard, Kay, Dr.**
  64291 Darmstadt (DE)
- **Dahringer, Jörg, Dr.**
  86399 Bobingen (DE)
- **Klanert, Michael**
  86830 Schwabmünchen (DE)

(74) Vertreter: **Luderschmidt, Schüler & Partner Patentanwälte**
John-F.-Kennedy-Strasse 4
65189 Wiesbaden (DE)

(56) Entgegenhaltungen:
WO-A1-02/22927
JP-A- 11 189 938
US-A1- 2004 146 711

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents im Europäischen Patentblatt kann jedermann nach Maßgabe der Ausführungsordnung beim Europäischen Patentamt gegen dieses Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

EP 2 177 651 B1

Printed by Jouve, 75001 PARIS (FR)

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von gekräuselten Fasern aus Polytrimethylenterephthalat ("PTT") mit verbesserter Einkräuselung

[0002] Polyethylenterephthalat ("PET") und Polybutylenterephthalat ("PBT"), allgemein als "Polyalkylenterephthalate" bezeichnet, sind gewöhnliche handelsübliche Polyester. Polyalkylenterephthalate besitzen hervorragende physikalische und chemische Eigenschaften, Hitze- und Lichtbeständigkeit, hohe Schmelzpunkte und hohe Festigkeitswerte. Folglich wurden sie schon immer auf breiter Basis für technische und textile Anwendungen eingesetzt.

[0003] Aufgrund der gestiegenen Rohstoffkosten hat Polytrimethylenterephthalat ("PTT") zunehmendes kommerzielles Interesse als Fasermaterial gewonnen, weil in jüngster Zeit im Niedrigkostenbereich die Entwicklung hin zum 1,3-Propandiol (PDO) ging, welches eine der Monomerkomponenten der Polymerhauptkette von PTT ist. Schon seit langem hatte man gewünscht, PTT in Faserform wegen seiner Dispersionsfärbbarkeit bei Atmosphärendruck, seines geringen Biegemoduls, seiner elastischen Erholung und seiner elastischen Rückfederungseigenschaft verfügbar zu haben.

[0004] Während die kommerzielle Verfügbarkeit von PTT-Fasern relativ neu ist, sind Forschungsarbeiten doch schon über längere Zeit durchgeführt worden. Beispielsweise beschreibt das Britische Patent Nr. 1 254 826 Polyalkylenfilamente, Stapelfasern und Garne, einschließlich PTT-Filamenten und -Stapelfasern. Hauptgegenstand sind Teppichflormaterialien und Faserfüllstoffe. Beschrieben werden das Einbringen eines Filamentbündels in eine Stauchkammer-Texturiervorrichtung, die Wärmebehandlung des gekräuselten Produktes in Form eines Spinnkabels, wobei es Temperaturen von etwa 150°C während einer Dauer von 18 Minuten unterworfen wird, und das Schneiden des heißfixierten Kabels zu Stapellängen von je 6 Inch.

[0005] EP 1 016 741 beschreibt die Verwendung eines phosphorhaltigen Additivs und bestimmte einschränkende Randbedingungen zum Erzielen eines besseren Weißgrades, Schmelz- und Spinnstabilität bei PTT-Polymeren. Die nach dem Spinnen und Strecken hergestellten Filamente und Kurzfasern erhalten eine Wärmebehandlung bei 90-200°C.

[0006] JP 11-107081 beschreibt die Relaxation einer unverstreckten Faser eines PTT-Multifilamentgarns bei einer Temperatur unterhalb von 150°C, bevorzugt bei 110-150°C, für 0,2 bis 0,8 Sekunden, vorzugsweise für 0,3 bis 0,6 Sekunden mit einer nachfolgenden Falschdraht-Texturierung des Multifilamentgarns.

[0007] JP 11-189938 beschreibt die Herstellung von PTT-Kurzfasern (3-200 mm) und einen feuchten Heißbehandlungsvorgang bei 100-160°C für 0,01 bis 90 Minuten oder einen trockenen Heißbehandlungsvorgang bei 100-300°C für 0,01 bis 20 Minuten. Im Arbeitsbeispiel 1 wird eine PTT-Faser bei 260°C mit einer Garnspinn-Aufnahmegeschwindigkeit von 1800 m/min versponnen. Nach dem Strecken wird die Faser zum Erzielen einer konstanten Länge für 5 Minuten einer Wärmebehandlung bei 150°C in einem Flüssigkeitsbad unterzogen. Anschließend wird sie gekräuselt und geschnitten. Arbeitsbeispiel 2 stellt die Behandlung der gezogenen Fasern mit einer trockenen Wärmebehandlung bei 200°C für 3 Minuten dar.

[0008] In US-Patent Nr. 3 584 103 wird ein Verfahren zum Schmelzspinnen von PTT-Filamenten mit asymmetrischer Doppelbrechung beschrieben. Spiralförmig gekräuselte Textilfasern aus PTT-Material werden durch Schmelzspinnen von Filamenten so hergestellt, dass diese über ihren gesamten Durchmesser eine asymmetrische Doppelbrechung aufweisen, wobei die Fäden durch das Strecken eine Molekülorientierung erhalten, die verstreckten Filamente bei 100-190°C wärmebehandelt werden, während sie bei konstanter Länge gehalten werden, und wobei die wärmebehandelten Filamente für 2-10 Minuten in einem relaxierten Zustand auf mehr als 45°C, bevorzugt auf etwa 140°C, erwärmt werden.

[0009] EP 1 230 450 beschreibt gekräuselte PTT-Stapelfasern mit hoher Reißfestigkeit. Die Fasern werden bei einer Temperatur von 245 bis 285°C zu Filamenten versponnen, die abgeschreckt und dann vorzugsweise gemäß einem Zweistufenverfahren bei einer ersten Temperatur von 10° bis 50°C und bei einer zweiten Temperatur von 70° bis 150°C verstreckt werden. Die Patentschrift lehrt eine Vergütung der Fasern durch behandeln mit Wärme, vorzugsweise nach der Verstreckung und vor der Kräuselung, bei Temperaturen von 85 bis 115°C. Die verstreckten Filamente werden mit einer mechanischen Kräuselungsvorrichtung mit Dampfunterstützung auf einen Kräuselungsgrad von 3 bis 12 Kräuselungen pro cm gekräuselt, bei einer Temperatur von 50 bis 120°C relaxiert und dann zu Stapelfasern geschnitten. Die Stapelfasern weisen 0,8 bis 6 Denier (0,88 bis 6,6 dtex) pro Filament auf. Die Kräuselungsaufnahme liegt vorzugsweise bei 10% und darüber. Die Reißfestigkeit beträgt mindestens 3,5 Gramm pro Denier (3,1 cN/dtex).

[0010] EP 1 230 451 beschreibt ein Verfahren zur Herstellung einer Faserbahn, eines Fasergeleges oder eines Faserfüllproduktes aus gekräuselten PTT-Stapelfasern. Die Fasern werden bei einer Temperatur von 245 bis 285°C zu Filamenten versponnen, die abgeschreckt und dann vorzugsweise gemäß einem Zweistufenverfahren bei einer ersten Temperatur von 10° bis 50°C und bei einer zweiten Temperatur von 70° bis 150°C verstreckt werden. Die Patentschrift lehrt eine Wärmebehandlung der Fasern, vorzugsweise nach der Verstreckung und vor der Kräuselung, bei Temperaturen von 85 bis 115°C. Die verstreckten Filamente werden mit einer mechanischen Kräuselungsvorrichtung mit Dampfunterstützung auf einen Kräuselungsgrad von 3 bis 12 Kräuselungen pro cm gekräuselt, bei einer Temperatur von 50 bis 130°C relaxiert und dann zu Stapelfasern geschnitten. Die Kräuselungsaufnahme liegt vorzugsweise bei 10% und darüber, die Reißfestigkeit beträgt mindestens 3,0 Gramm

pro Denier (2,65 cN/dtex).

[0011] Gemäß beiden Druckschriften EP 1 230 450 und EP 1 230 451 werden die PTT-Fasern sowohl bei der Verstreckung als auch vor dem Eintritt in die Kräuselkammer einer erhöhten Temperatur ausgesetzt. Die Verstreckung erfolgt nach beiden Schutzrechten bei einer Temperatur von mehr als 70°C und vor dem Eintritt in die Kräuselkammer werden die Fasern auf über 85°C erwärmt.

[0012] Es besteht ein Bedarf für Verbesserungen beim PTT-Faserprozeß, insbesondere PTT-Stapelfaserprozeß, bei dem Fasern mit geeigneten Verarbeitungseigenschaften in kommerziellen Betrieben gewonnen werden, bei denen Kardier- und Garnettvorgänge angewandt werden. Die Lösung dieser Probleme, die im Laufe der Jahre für PET- oder PBT-Fasern entwickelt wurden, lassen sich häufig nicht auf PTT-Fasern übertragen, was auf die besonderen Eigenschaften zurückzuführen ist, die der Chemie des PTT-Polymeren zugrunde liegen.

[0013] In der Praxis hat sich insbesondere gezeigt, dass bei feinen Fasern unterhalb etwa 3,6 dtex mit diesen bisher verwendeten Verfahren keine ausreichend hohe Kräuselung, Dauerbeständigkeit und/oder Stabilität der Kräuselung, insbesondere für den textilen Weiterverarbeitungsprozess, erzielt werden kann.

[0014] Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist daher, ein Verfahren zur Herstellung von PTT-Fasern, vorzugsweise PTT-Stapelfasern, mit verbesserter Einkräuselung zur Verfügung zu stellen.

[0015] Dies wird mit dem erfindungsgemäßen Verfahren zur Herstellung von PTT-Fasern erreicht.

[0016] Das erfindungsgemäße Verfahren betrifft die Herstellung von Polytrimethylenterephthalat (PTT)-Fasern mit verbesserter Einkräuselung, dadurch gekennzeichnet, dass die Verstreckung der mittels üblicher Schmelzspinnverfahren hergestellten PTT-Fasern bei einer Temperatur von bis zu 70°C erfolgt und die PTT-Fasern nach der Verstreckung und vor dem Eintritt in die Kräuselkammer keiner Wärmebehandlung unterzogen und insbesondere auf einer Temperatur unterhalb von bis zu 85°C gehalten werden, dann in der Kräuselkammer auf bis zu 100°C erwärmt und während der Kräuselung fixiert werden.

[0017] Polytrimethylenterephthalat, das im erfindungsgemäßen Verfahren verwendbar ist, und Verfahren zu dessen Herstellung sind seit langem bekannt. Die Herstellung erfolgt chargenweise, kontinuierlich, usw. Weitere Angaben zur Herstellung finden sich beispielsweise in den US-Patenten 5 015 789 und 6 277 289, EP 0 998 440, WO 98/57913 und in S. Schauhoff, "New Developments in the Production of Polytrimethylene Terephthalate, (Neue Entwicklungen in der Herstellung von Polytrimethylenterephthalat (PTT))", Man-Made Fiber Year Book (September 1996).

[0018] Erfindungsgemäß werden Polytrimethylenterephthalate eingesetzt, die kommerziell erhältlich sind. Solche Polytrimethylenterephthalate werden beispielsweise von E.I. du Pont de Nemours and Company, Wilmington, Delaware (Handelsname "Sonora"), sowie von Shell verkauft. Zum Einsatz im erfindungsgemäßen Verfahren ist insbesondere kristallines PTT geeignet.

[0019] Das Polytrimethylenterephthalat, das für die vorliegende Erfindung geeignet ist, hat üblicherweise eine Grenzviskosität (IV) von 0,60 Deziliter/Gramm (dl/g) bis 1,5 dl/g, bevorzugt 0,70 dl/g bis 1,4 dl/g, stärker bevorzugt 0,80 dl/g bis 1,2 dl/g und besonders bevorzugt 0,90 dl/g bis 1,1 dl/g (gemessen in 50:50 Phenol/1,1,2,2-Tetrachlorethan bei 20°C).

[0020] In der Praxis der vorliegenden Erfindung werden Polytrimethylenterephthalat-Homopolymere sowie Polytrimethylenterephthalat-Copolymere aus Polytrimethylenterephthalat und Polyethylenterephthalat und/oder Polybutylenterephthalat verwendet. Besonders vorteilhaft sind Fasern, die zu mindestens 85 mol-% aus Polytrimethylenterephthalat bestehen, vorzugsweise mindestens 90 mol-%, besonders bevorzugt mindestens 95 mol-%.

[0021] Die PTT-Fasern lassen sich herstellen, indem die Polymere, gegebenenfalls unter Anwendung von Gleitmitteln, zu Filamenten versponnen und dann zu Fasern verarbeitet werden, die Fasern verstreckt und gekräuselt werden und gegebenenfalls ein Glättungsmittel aufgebracht wird, die Fasern relaxiert werden (gegebenenfalls während das Glättungsmittel gehärtet wird) und gegebenenfalls ein Antistatikmittel auf die Fasern aufgebracht wird. Im Falle der Herstellung von Stapelfasern werden die Fasern dann geschnitten und in Ballen verpackt.

[0022] Die Herstellung der erfindungsgemäßen PTT-Fasern geschieht unter Verwendung konventioneller Methoden und Anlagen, wie sie im Fachgebiet im Zusammenhang mit Polyesterfasern bevorzugt werden. Beispielsweise werden zahlreiche Methoden des Verspinnens in US 3 816 486, US 4 639 347, GB 1 254 826 und JP 11-189938 beschrieben.

[0023] Die Spinngeschwindigkeit bei PTT beträgt vorzugsweise 600 Meter pro Minute oder mehr und beträgt im typischen Fall 1200 Meter pro Minute oder weniger. Die Spinntemperatur beträgt im typischen Fall 245°C bis 285°C und bevorzugt 250°C bis 275°C. Besonders bevorzugt wird das Schmelzspinnen bei etwa 260°C ausgeführt.

[0024] Die Spinndüse ist eine konventionelle Spinndüse von dem Typ, wie er bei konventionellen Polyestern verwendet wird, wobei Lochgröße, Anordnung und Zahl von der gewünschten Faser und der Spinnanlage abhängen.

[0025] Das Abschrecken der auf diese Art und Weise aus der Schmelze gesponnenen PTT-Filamente kann in konventioneller Weise ausgeführt werden, indem Luft oder andere Fluide verwendet werden, wie sie im Fachgebiet beschrieben werden (z.B. Stickstoff). Es können Querstrom-, Radial-, asymmetrische oder andere Kühlmethoden angewendet werden.

[0026] Nach dem Kühlen können konventionelle Spinnpräparationen mit Hilfe von Standardmethoden

aufgetragen werden.

[0027] Die erhaltenen erfindungsgemäßen PTT-Faserfilamente, die für Bekleidungstextilien (z.B. Maschenware und gewebte Textilien) und für Vliesstoffe hergestellt werden, besitzen typischerweise eine Einzelfilament-Titer von 0,88 dtex bis 6,6 dtex, bevorzugt 1,7 dtex bis 3,6 dtex und besonders bevorzugt etwa 2,4 dtex. Fasern mit größeren Werten können für nichttextile Anwendungen, wie z.B. für Faserfüllstoffe, nützlich sein.

[0028] Die so hergestellten PTT-Faserfilamente werden zur weiteren Verarbeitung zunächst in Kannen abgelegt. Es ist jedoch auch möglich, diese direkt weiter zu verarbeiten.

[0029] Nach einem bevorzugten Verfahren werden die schmelzgesponnenen PTT-Faserfilamente auf einem Spinnkabelzylinder aufgenommen und anschließend mehrere Spinnkabelzylinder zusammengesetzt und aus den Faserfilamenten ein großes Spinnkabel erzeugt. Danach können die Faserkabel unter Anwendung konventioneller Methoden verstreckt werden, vorzugsweise bei 10 bis 110 m/min. Die Streckverhältnisse reichen bevorzugt von 1,25 bis 4 und stärker bevorzugt von 1,25 bis 2,5. Das Verstrecken erfolgt kalt, d.h. bei einer Temperatur von bis zu 70°C, vorzugsweise von bis zu 60°C, besonders bevorzugt bis zu 50°C, insbesondere bis zu 40°C, ganz besonders bevorzugt zwischen Raumtemperatur (20°C) und 40°C.

[0030] Nach dem Verstrecken ist darauf zu achten, dass die Temperatur von bis zu 85°C, vorzugsweise bis zu 70°C, besonders bevorzugt bis zu 60°C, insbesondere bis zu 40°C, nicht überschritten wird. Bevorzugt liegt die Temperatur nach dem Verstrecken zwischen Raumtemperatur (20°C) und bis zu 70°C, insbesondere zwischen Raumtemperatur (20°C) und bis zu 60°C, besonders bevorzugt Raumtemperatur (20°C) und 60°C, und ganz bevorzugt zwischen Raumtemperatur (20°C) und 40°C.

[0031] In einer alternativen Vorgehensweise kann das Faserkabel nach dem Verstrecken und vor dem Eintritt in die nachfolgende Kräuselkammer um mindestens 20°C erwärmt werden, jedoch auf nicht mehr als die oben angegebene maximale Temperatur von bis zu 85°C, vorzugsweise auf bis zu 70°C, besonders bevorzugt auf bis zu 60°C,besonders bevorzugt auf eine Temperatur im Bereich von 30°C bis 60°C. Vor und während des Verstreckens kann unter Anwendung konventioneller Methoden eine oder mehrere Appreturen aufgebracht werden.

[0032] Ein weiteres wichtiges Merkmal ist die Kräuselungsaufnahme (Einkräuselung) K1, ein Maß für die Füllung der Faser, die ihr durch einen mechanischen Kräuselungsprozess vermittelt wird. Die Kräuselungsaufnahme ist eine wichtige Eigenschaft, die sowohl für die Verarbeitung von Fasern als auch für die Merkmale von Textil- und Faserfüllprodukten, insbesondere aus Stapelfasern, von Bedeutung ist. Bei der Kräuselungsaufnahme wird an der Faser die Rückfederungseigenschaft gemessen, wie sie durch den mechanischen Prozess des Kräuselns übertragen wird. Dies wirkt sich dadurch auf deren Handhabungsmerkmale wie auf das Verarbeiten bei den nachfolgenden Prozessschritten aus.

[0033] Unter Einkräuselung im Rahmen der Erfindung versteht man folgendes Verhältnis:

$$K1 = \frac{Lv - Lk}{Lv}$$

wobei L_k die Länge der gekräuselten Stapelfaser im entspannten freiliegenden Zustand ist und L_v die Länge der gleichen, jedoch gestreckten Faser, d.h. die Faser liegt dann praktisch geradlinig ohne Kräuselung vor. Die Streckung erfolgt unter Anwendung der sogenannten Entkräuselungskraft. Diese wird in Vorversuchen mit Hilfe einer an das Kraft-Dehnungsdiagramm der jeweiligen Faser angelegten Tangente ermittelt.

[0034] Die Faserkräuselung beeinflusst auch das Belastungsverhalten der dreidimensionalen Struktur. Die Faserkräuselung kann zweidimensional oder dreidimensional sein und wird konventionell mit Hilfe mechanischer Mittel erzeugt oder kann von sich aus aufgrund struktureller Verschiedenheiten oder Zusammensetzungsunterschiede in der Faser vorhanden sein. Unter der Annahme eines konstanten Fasergewichts, ähnlicher Fasergröße, Geometrie und Oberflächeneigenschaften wird in der Regel eine Faser mit geringer Kräuselung (d.h. einer hohen Amplitude, geringen Frequenz der Kräuselung) eine höhere Volumenhaltigkeit (d.h. eine hochwirksame Bauschung, dreidimensionale Struktur mit geringer Dichte, die sich leicht unter einer vorgegebenen Standardlast in Folge eines geringen Umfanges der Verknäulung der gekräuselten Fasern verformt) erzeugen. Im Gegensatz dazu erzeugen Fasern mit höherer Kräuselung (geringer Amplitude, hoher Frequenz) in der Regel dreidimensionale Strukturen mit höherer Dichte und verringerter Volumenhaltigkeit. Derartige dreidimensionale Strukturen höherer Dichte werden sich nicht so leicht verformen, wenn eine Standardlast aufgebracht wird, was auf ein höheres Maß an Faserverknäulung in der Struktur zurückzuführen ist. In typischen gefüllten Artikeln ist die aufgebrachte Last (d.h. die Last, für die der Artikel bemessen wurde, um diese zu halten) ausreichend hoch, um eine relative Verschiebung der Fasern in der Struktur zu bewirken. Diese Last ist jedoch nicht groß genug, um eine plastische Verformung der einzelnen Fasern hervorzurufen.

[0035] Der Kräuselungsgrad beeinflusst auch das Vermögen der Faser, sich nach Kompression zu erholen. Fasern mit geringem Kräuselungsgrad erholen sich nicht so leicht wie Fasern mit hoher Kräuselung, da den Fasern mit geringer Kräuselung die "Federung" fehlt, die durch höhere Kräuselung vermittelt wird. Andererseits sind Fasern mit geringer Kräuselung leichter aufzulockern, was

auf den geringeren Betrag der Faserverknäulung zurückzuführen ist. Der Anwender von gefüllten Artikeln wünscht im typischen Fall sowohl Halt als auch Volumenhaltigkeit. Diese beiden Eigenschaften werden stark beeinflusst von der Kräuselungsfrequenz, jedoch in entgegengesetzter und sich widersprechender Weise. Um eine hohe Volumenhaltigkeit zu erhalten, verwendet man eine geringe Kräuselung. Dem gegenüber verwendet man eine hohe Kräuselung, um einen starken Halt zu erhalten. Weitere Variablen, die man modifizieren kann, schließen die Veränderung der mechanischen Eigenschaften der Faser ein, das Einstellen des Faserdurchmessers und/oder eine Veränderung des Faserquerschnittes.

[0036] Für die Kräuselung der wie oben beschrieben gestreckten Fasern können konventionelle Methoden der mechanischen Kräuselung mit an sich bekannten Kräuselmaschinen angewendet werden. Bevorzugt ist eine mechanische Vorrichtung zur Stapelfaserkräuselung mit Dampfunterstützung, wie beispielsweise eine Stauchkammer.

[0037] Um die erfindungsgemäß verbesserte Einkräuselung von feinen PTT-Fasern zu erhalten, werden die verstreckten Fasern vor dem Eintritt in die Kräuselkammer und zunächst auch in der Kräuselkammer erfindungsgemäß auf unterhalb von bis zu 85°C, bevorzugt unterhalb von bis zu 70°C, stärker bevorzugt unterhalb bis zu 60°C, insbesondere unterhalb bis zu 40°C, ganz besonders bevorzugt zwischen Raumtemperatur und 40°C, gehalten. Das Kräuseln selbst erfolgt in der Kräuselkammer durch Erwärmen, bevorzugt mit Dampf, auf unterhalb bis zu 100°C, bevorzugt unterhalb bis zu 95°C, besonders bevorzugt etwa 85° bis 90°C.

[0038] Unter Anwendung konventioneller Methoden kann in der Kräuselvorrichtung eine weitere Appretur aufgebracht werden.

[0039] Die erfindungsgemäß erhaltenen PTT-Faser besitzt bevorzugt einen Kräuselungsgrad von mindestens 3 Kräuselungen (Kräuselbögen) pro cm, bevorzugt 3 Bögen pro cm bis 9,8 Bögen pro cm und besonders bevorzugt 3,9 Bögen pro cm bis 8,9 Bögen pro cm. Bei Anwendungen zur Herstellung textiler Flächen werden Werte für den Kräuselungsgrad von etwa 5,5 Bögen pro cm besonders bevorzugt, für Faserfüllungen beträgt der Kräuselungsgrad besonders bevorzugt etwa 3,9 Bögen pro cm.

[0040] Die Einkräuselung K1 beträgt erfindungsgemäß vorzugsweise 15% oder mehr, bevorzugt 17% oder mehr.

[0041] Bevorzugt wird nach der Kräuselung und vor dem Relaxieren ein Glättungsmittel und/oder für die Weiterverarbeitung (Konvertieren) ein handelsübliches Gleitmittel aufgetragen. Beispielhafte Glättungsmittel, die in der vorliegenden Erfindung verwendbar sind, werden in US 4 725 635 beschrieben.

[0042] Wahlweise kann auf die Filamente nach dem Relaxieren weitere textile Ausrüstung, z.B. eine antistatische Ausrüstung, aufgebracht werden.

[0043] Weiterhin können die Fasern, falls erwünscht, pillarm ausgerüstet werden.

[0044] Zur Herstellung von Stapelfasern werden die texturierten Fasern aufgenommen, gefolgt von Schneiden und verpacken in Ballen. Die Stapelfasern der vorliegenden Erfindung werden bevorzugt auf einer der Relaxation nachgeschalteten mechanischen Schneidvorrichtung geschnitten. Kabeltypen werden ungeschnitten in Ballen verpackt und einem getrennten Schneidprozess (Konvertieren) zugeführt.

[0045] Die Stapelfasern können vor dem Schneiden fixiert werden. Die Hauptfixierung erfolgt erfindungsgemäß in der Kräuselkammer durch Einleiten von Heißdampf mittels üblicher Vorrichtungen. Danach kann vor dem Schneiden bei etwa 90°C bis 120°C nachfixiert werden, um Kräuselung und Schrumpf zu steuern. Methoden zum Fixieren und die verwendeten Zeiten können variieren und können unter Anwendung von UV-Vorrichtungen Sekunden betragen oder bei Verwendung eines Ofens noch länger. Ofentemperaturen betragen 80° bis 130°C, vorzugsweise 100°C bis 120°C, besonders bevorzugt 110°C bis 115°C.

[0046] Die Erfindung wird anhand des folgenden Beispiels näher erläutert:

Beispiel:

[0047] Trockenes PTT-Granulat (Restfeuchte <10 ppm, Trocknung bei maximal 130°C) mit einer Viskosität von IV = 0,92 (20°C, 50:50 Phenol/1,1,2,2-Tetrachlorethan) wird in einem Extruder aufgeschmolzen, durch eine Spinndüse mit 400-1200 Löchern versponnen und die erhaltene Fadenschar im Bereich von 900-1200 m/min abgezogen und in Spinnkannen abgelegt.

[0048] Um die gewünschte Zielkabelstärke von 90 ktex bei einem Fasereinzeltiter von 2,4 dtex nach der Verstreckung zu erreichen, wird das Spinnkabel an der Faserbandstrasse vorgelegt. Bei der Weiterverarbeitung, insbesondere während und nach der Verstreckung, wird das Faserkabel bis zum Erreichen der Stauchkammerkräuselmaschine keinen Temperaturen von mehr als 30°C ausgesetzt. In der Kräuselkammer selbst wird das Material durch Einleiten von Heißdampf in gekräuselter Form fixiert. Die Wahl des Kammer- und Walzendrucks hängt dabei von der gewünschten Einkräuselung ab. In einer Variante erfolgt am letzten Walzen-Septett vor der Kräuselkammer eine unterstützende Vortemperierung des Kabels bei 30-60°C.

[0049] Nach dem Kräuseln erfolgt eine Nachfixierung bei 90-120°C. Die Wahl der Temperatur hängt vom gewünschten Restschrumpf (gemessen als Thermoschrumpf bei 200°C) der Faser ab.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Polytrimethylenterephthalat (PTT)-Fasern mit verbesserter Einkräuse-

lung, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Verstrekkung der mittels üblicher Schmelzspinnverfahren hergestellten PTT-Fasern bei einer Temperatur von bis zu 70°C erfolgt und die Fasern nach der Verstrekkung und vor dem Eintritt in die Kräuselkammer auf einer Temperatur unterhalb von bis zu 85°C gehalten werden, dann in der Kräuselkammer auf bis zu 100°C erwärmt und während der Kräuselung noch in der Kräuselkammer fixiert werden.

2. Verfahren gemäß Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Temperatur während der Verstreckung bis zu 60°C und nach der Verstreckung bis zu 70°C beträgt.

3. Verfahren gemäß Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Temperatur vor dem Eintritt in die Kräuselkammer bis zu 70°C, bevorzugt bis zu 60°C, besonders bevorzugt zwischen Raumtemperatur und 40°C liegt, dann in der Kräuselkammer auf bis zu 95°C, bevorzugt 85° bis 90°C erwärmt und danach durch Einleiten von Heißdampf fixiert wird.

4. Verfahren gemäß Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Fasern vor dem Eintritt in die Kräuselkammer um mindestens 20°C gegenüber der Temperatur nach dem Verstrecken vorgewärmt werden, jedoch auf nicht mehr als bis zu 85°C.

5. Verfahren gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Fasern vor dem Eintritt in die Kräuselkammer um mindestens 20°C gegenüber der Temperatur nach dem Verstrecken vorgewärmt werden, jedoch auf nicht mehr als bis zu 70°C, bevorzugt auf nicht mehr als bis zu 60°C, besonders bevorzugt auf zwischen 30 und 60°C.

6. Verfahren gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Erwärmung in der Kräuselkammer mit Wasserdampf erfolgt.

7. Verfahren gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** die PTT-Faserfilamente einen Einzelfilament-Titer von 0,88 dtex bis 6,6 dtex, bevorzugt 1,7 dtex bis 3,6 dtex und besonders bevorzugt etwa 2,4 dtex haben.

8. Verfahren gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Kräuselungsgrad mindestens 3 Bögen pro cm, bevorzugt im Bereich von 3 Bögen pro cm bis 9,8 Bögen pro cm, und besonders bevorzugt im Bereich von 3,9 Bögen pro cm bis 8.9 Bögen pro cm, beträgt.

9. Verfahren gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Kräuselungsgrad 5,5 Bögen pro cm beträgt.

10. Verfahren gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Einkräuselung der Fasern mindestens 15% beträgt, bevorzugt mindestens 17%.

11. Verfahren gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** die PTT-Fasern nach der Fixierung geschnitten werden und als Stapelfasern vorliegen.

Claims

1. A method for the production of polytrimethylene terephthalate (PTT) fibers having improved curling, **characterized in that** the drawing of the PTT fibers produced by means of customary melt-spinning methods is performed at a temperature of up to 70°C and that after the drawing and entering the crimping chamber, the fibers are held at a temperature of less than up to 85°C, then heated to up to 100°C in the crimping chamber and fixed during the crimping while still being in the crimping chamber.

2. The method according to claim 1, **characterized in that** the temperature is up to 60°C during the drawing and up to 70°C after the drawing.

3. The method according to claim 1 or 2, **characterized in that** before entering the crimping chamber the temperature is up to 70°C, preferably up to 60°C, particularly preferably between room temperature and 40°C, is then heated to up to 95°C, preferably 85 to 90°C, in the crimping chamber and thereafter set by introducing superheated steam.

4. The method according to claim 1 or 2, **characterized in that** before entering the crimping chamber, the fibers are preheated by at least 20°C compared with the temperature after the drawing, but to no more than up to 85°C.

5. The method according to any of the preceding claims, **characterized in that** before entering the crimping chamber, the fibers are preheated by at least 20°C compared with the temperature after the drawing, but to no more than up to 70°C, preferably to no more than up to 60°C, particularly preferably to between 30 and 60°C.

6. The method according to any of the preceding claims, **characterized in that** the heating in the crimping chamber is carried out with steam.

7. The method according to any of the preceding claims, **characterized in that** the PTT fiber fila-

ments have a single filament titer of 0.88 dtex to 6.6 dtex, preferably 1.7 dtex to 3.6 dtex und particularly preferably about 2.4 dtex.

8. The method according to any of the preceding claims, **characterized in that** the degree of crimping is at least 3 crimps per cm, preferably within the range of 3 crimps per cm to 9.8 crimps per cm and particularly preferably within the range of 3.9 crimps per cm to 8.9 crimps per cm.

9. The method according to any of the preceding claims, **characterized in that** the degree of crimping is 5.5 crimps per cm.

10. The method according to any of the preceding claims, **characterized in that** the curling of the fibers is at lest 15%, preferably at least 17%.

11. The method according to any of the preceding claims, **characterized in that** the PTT fibers are cut and available in the form of staple fibers after the fixing.

Revendications

1. Procédé pour la fabrication de fibres polytriméthylène téréphthalate (PTT) avec gaufrage amélioré, **caractérisé en ce que** l'étirage des fibres PTT fabriqués au moyen d'un processus de filage à chaud, a lieu à une température pouvant atteindre 70°C et les fibres sont maintenues à une température pouvant atteindre 85°C après l'étirage et avant l'entrée dans la chambre de gaufrage, sont ensuite chauffées dans la chambre de gaufrage jusqu'à 100°C et sont fixées pendant le gaufrage dans la chambre de gaufrage.

2. Procédé selon revendication 1, **caractérisé en ce que** la température est de 60°C pendant l'étirage et de 70°C après l'étirage.

3. Procédé selon revendication 1 ou 2, **caractérisé en ce que** la température avant l'entrée dans la chambre de gaufrage peut atteindre 70°C, de manière préférée 60°C, et se trouve de manière particulièrement préférée entre la température ambiante et 40°C, puis chauffe dans la chambre de gaufrage jusqu'à 95°C, de manière préférée de 85°C à 90°C et est ensuite fixée par l'introduction de vapeur surchauffée.

4. Procédé selon revendication 1 ou 2, **caractérisé en ce que** les fibres sont préchauffés avant l'entrée dans la chambre de gaufrage à au moins 20°C par rapport à la température après l'étirage, cependant pas plus de 85°C.

5. Procédé selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** les fibres sont préchauffées avant l'entrée dans la chambre de gaufrage à au moins 20°C par rapport à la température avant l'étirage, cependant pas plus de 70°C, de manière préférée pas plus de 60°C, et de manière particulièrement préférée entre 30 et 60°C.

6. Procédé selon l'une des revendications précédentes **caractérisé en ce que** le réchauffement dans la chambre de gaufrage a lieu avec de la vapeur d'eau.

7. Procédé selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** les filaments de fibre de PTT ont un titre de filament individuel de 0,88 dtex à 6,6 dtex, de manière préférée de 1,7 dtex à 3,6 dtex et de manière particulièrement préférée de 2,4 dtex.

8. Procédé selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** le degré de gaufrage est d'au moins 3 courbures par cm, de manière préférée de 3 à 9,8 courbures par cm, et de manière particulièrement préférée se trouve dans une plage de 3,9 courbures par cm à 8,9 courbures par cm.

9. Procédé selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** le degré de gaufrage est de 5,5 courbures par cm.

10. Procédé selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** le gaufrage des fibres est d'au moins 15%, de préférence d'au moins 17%.

11. Procédé selon l'une des revendications précédentes **caractérisé en ce que** les fibres PTT sont découpées après la fixation et se présentent en tant que fibres discontinues.

IN DER BESCHREIBUNG AUFGEFÜHRTE DOKUMENTE

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde ausschließlich zur Information des Lesers aufgenommen und ist nicht Bestandteil des europäischen Patentdokumentes. Sie wurde mit größter Sorgfalt zusammengestellt; das EPA übernimmt jedoch keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

In der Beschreibung aufgeführte Patentdokumente

- GB 1254826 A **[0004] [0022]**
- EP 1016741 A **[0005]**
- JP 11107081 A **[0006]**
- JP 11189938 A **[0007] [0022]**
- US 3584103 A **[0008]**
- EP 1230450 A **[0009] [0011]**
- EP 1230451 A **[0010] [0011]**
- US 5015789 A **[0017]**
- US 6277289 A **[0017]**
- EP 0998440 A **[0017]**
- WO 9857913 A **[0017]**
- US 3816486 A **[0022]**
- US 4639347 A **[0022]**
- US 4725635 A **[0041]**

In der Beschreibung aufgeführte Nicht-Patentliteratur

- New Developments in the Production of Polytrimethylene Terephthalate, (Neue Entwicklungen in der Herstellung von Polytrimethylenterephthalat (PTT)). **S. Schauhoff.** Man-Made Fiber Year Book. September 1996 **[0017]**