



(11)

EP 2 836 632 B1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des
Hinweises auf die Patenterteilung:
14.09.2016 Patentblatt 2016/37

(51) Int Cl.:
D04H 1/4326 ^(2012.01) **D04H 1/56** ^(2006.01)
D04H 3/009 ^(2012.01) **D04H 3/02** ^(2006.01)

(21) Anmeldenummer: **13718498.2**

(86) Internationale Anmeldenummer:
PCT/EP2013/001062

(22) Anmeldetag: **11.04.2013**

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:
WO 2013/152858 (17.10.2013 Gazette 2013/42)

(54) **FEINSTFASERVLESE UND PAPIERÄHNLICHE PRODUKTE SOWIE VERFAHREN ZU DEREN HERSTELLUNG**

FINE FIBER NONWOVEN FABRIC AND PRODUCT SIMILAR TO PAPER, AND METHOD FOR PRODUCING THE SAME

NON-TISSÉ COMPRENANT DES FIBRES FINES ET PRODUIT SIMILAIRE AU PAPIER, AINSI QUE LEUR PROCÉDÉ DE FABRICATION

(84) Benannte Vertragsstaaten:
**AL 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 RS SE SI SK SM TR**

- **RIEDEL, Bernd**
07333 Unterwellenborn (DE)
- **KINDLER, Christoph**
07318 Saalfeld (DE)

(30) Priorität: **11.04.2012 DE 102012007080**

(74) Vertreter: **Plate, Jürgen et al**
Plate Schweitzer Zounek
Patentanwälte
Rheingastrasse 196
65203 Wiesbaden (DE)

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
18.02.2015 Patentblatt 2015/08

(73) Patentinhaber: **SmartMELAMINE d.o.o.**
1330 Kocevje (SI)

(56) Entgegenhaltungen:
EP-A2- 0 218 473 WO-A1-02/46504
WO-A1-99/32694 US-A- 3 972 759
US-A1- 2008 203 602

(72) Erfinder:
• **BAUER, Ralf-Uwe**
07407 Rudolstadt (DE)

EP 2 836 632 B1

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).

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft Feinstfaservliese und papierähnliche Produkte, die flächig abgelegte, faserige Flockengebilde aus glasartig erstarrten, reaktiven und zur Polymerbildung befähigten niedermolekularen Harzschmelzen umfassen. Eine durchgängige Polymerbildung und / oder Funktionalisierung wird mittels gezielter, nachträglicher äußerer Einwirkung von flüssigen oder gasförmigen Reaktanten oder Katalysatoren ausgelöst. Die Erfindung betrifft daneben ein Verfahren zur Herstellung der Feinstfaservliese und papierähnlichen Produkte.

[0002] Üblicherweise werden bei der Herstellung von Feinstfaservliesen aus Polymerschmelzen bei Faserdurchmessern unter 10 µm sogenannte Meltblown-Verfahren verwendet. Dabei wird der aus der Düse austretende Schmelzestrahle durch einen Gasstrom zu feinen Fasern verzogen. Es gibt eine Vielzahl von verschiedenen Ausführungen. Charakteristisch ist eine parallele oder versetzte Anordnung von Spindüsen und die Verwendung von heißer Luft hoher Geschwindigkeit zum Verzug der einzelnen Filamente. Bei ausreichend hohem Massenstrom an Blasgas wird der Einzelfaden stark verzogen und bei Erreichen der Bruchgrenze abgerissen. Es entsteht eine stochastische Faserlängenverteilung. In der Patentschrift WO 2006 / 037371 ist ein Verfahren beschrieben, in dem Endlosfasern sehr fein verzogen werden. Dabei ist der zur Anwendung kommende Gasstrom durch einen maximalen Vordruck stark begrenzt und die Lufttemperaturen liegen im Bereich von 15 bis 120 °C bei Temperaturen des geschmolzenen Polymers von 300 bis 400 °C. Zielstellung des Verfahrens ist es, endlose Filamente ohne Fadenbrüche und ohne Verklebungen der Feinfasern untereinander zu erzeugen. Dabei ist der Massenstrom an Blasluft durch die angegebenen Druckverhältnisse begrenzt, es kommen thermoplastische Polymere zum Einsatz.

[0003] Neben den heißen Gasströmen ist auch eine spezielle technische Konstruktion der Düse zur Erzeugung von Feinstfasern unter Verwendung von Lufttemperaturen von 140 bis 230 °C bei Schmelztemperaturen von 240 bis 330 °C im Patent DE 33 41 590 beschrieben. Es ergeben sich feine Fasern mit unterschiedlicher Länge. Auch hier ist es zwar möglich, sehr feine Fasern < 5 µm zu erzeugen, die Fasereinkürzung nimmt dabei aber deutlich zu.

[0004] In der US 7,585,454 B2 sind ein Schmelzblasverfahren und eine Vorrichtung beschrieben zur Herstellung von Faservliesen aus orientierbaren Polymeren, insbesondere aus Polyethylenterephthalat. In dem Verfahren wird eine Polymerschmelze in Form von Fasern extrudiert, die von einem umgebenden Heißluftstrom hoher Geschwindigkeit verstreckt werden. Der Heißluftstrom ist jedoch nicht so intensiv, dass die Fasern dabei aufsplitten. Durch eine kontrollierte Temperaturführung in mehreren Stufen wird eine Verschlingung bzw. Verklebung erreicht. Die Fasern werden in mehreren Schich-

ten übereinander abgelegt und geschnitten.

[0005] Gegenstand der WO 92/16361 ist ein Blasformverfahren zur Herstellung von Vliesen mit mindestens zwei Schichten aus verschiedenen Fasertypen. Die Fasern werden nach der Extrusion in jeweils einem Hochgeschwindigkeits-Gasstrom, beispielsweise in einem Luftstrom, turbulent vermischt. In den Bereichen, in denen die Gasströme überlappen, verbinden und/oder verschlingen sich die verschiedenen Fasertypen miteinander.

[0006] In der DE 199 29 709 ist ein Verfahren zur Herstellung feiner endloser Vliesfasern beschrieben. Hier werden die Faserstränge durch einen Gasstrom gesplittet. Erreicht wird dieser Effekt durch den Einsatz einer Lavalldüse und das Einstellen überkritischer Strömungsverhältnisse mit Luftgeschwindigkeiten im sogenannten Supersonic-Bereich. Dabei werden Gasgeschwindigkeiten größer als die Schallgeschwindigkeit erzeugt. Nachteilig an diesem Verfahren ist, dass eine spezielle Düsenkonstruktion und Mach-Zahlen $Ma > 1$ oder ein Verhältnis der Gasdrücke $p(a)/p(i) > 0,525$, d.h. ein sogenanntes kritisches Druckverhältnis, eingehalten werden müssen, um ein Zerplatzen des Faserstranges in viele endlose bzw. quasi endlose Feinstfilamente zu erreichen.

[0007] Reaktive, zur Polymerbildung geeignete niedermolekulare Harzschmelzen sind auf Grund der physikalisch-chemischen Eigenschaften nicht grundsätzlich geeignet Faservliese zu bilden. Dennoch ist ein solches Verfahren in der Patentschrift WO 2006/100041 beschrieben. Die Fasern werden über eine spezielle Düsenkonstruktion im Gasstrom verzogen, sie reißen mit stochastischer Verteilung ab und ergeben Feinstfasern in einer Wirrlage mit unterschiedlichen Faserlängen. Anschließend werden die Fasern mit einem dreidimensionalen molekularen Vernetzung auslösenden Medium behandelt und in einer nachfolgenden thermischen Härtung im Vlies eigenverklebt und/oder ausgehärtet.

[0008] Aufgrund der hohen Klebkraft der reaktiven Harzschmelzen kommt es jedoch bei wirtschaftlich vertretbaren Blasluftdurchsätzen durch anhaftendes und sich rasch verfestigendes Harz zu unkontrollierten, den Spinnprozess extrem störenden Krustenbildungen im Düsenbereich. Verstärkt wird dieser negative Effekt durch den beim Standardverfahren üblichen geringen Schmelzedurchsatz pro Düsenbohrung. Diese Nachteile stehen einer wirtschaftlich vertretbaren Spinnleistung und Anlagenstandzeit, bei gleichzeitiger Realisierung der für eine spätere durchgängige Polymerbildung und ggf. Funktionalisierung der reaktiven Harzvliese erforderlichen Feinstfaserbildung entgegen.

[0009] Eine Aufgabe der Erfindung ist es daher, ein kostengünstiges Verfahren zur Herstellung von Feinstfaservliesen und papierähnlichen Produkten zu entwickeln, das mit Machzahlen $Ma < 1$ arbeitet, d.h. unterhalb der Schallgeschwindigkeit, und die Eigenverklebung der niedermolekularen Harzschmelzen in vorteilhafter Weise ausnutzt. Überraschenderweise wurde nun gefunden,

dass in der Kombination von niedermolekularen Harzen mit für das Meltblown-Verfahren üblichen Spinn­düsen, Gasgeschwindigkeiten bevorzugt im Bereich kompres­sibler Gasströmungen mit $0,2 < Ma < 1$ und Gastempe­raturen oberhalb der Schmelztemperatur der Harze ein Zerplatzen der Faserstränge erfolgt. Damit sind Faser­feinheiten deutlich unter $5\ \mu\text{m}$ gesichert erreichbar ohne dass eine zu starke Einkürzung der Faserlänge zu ver­zeichnen ist. Gleichzeitig wird ausgenutzt, dass bei ge­eigneter Gasführung, Gas- und Schmelzegeschwindig­keit, Temperatur von Gas und Schmelze und einem ge­eigneten Verhältnis von Länge zum Durchmesser der Düse diese Fasern nicht nur eindimensional absplitten, sondern sich unmittelbar nach der Düse aufweiten und durch Verästelungen und Verklebungen vorzugsweise 2-dimensionale Gebilde bilden, die nur durch feinstfaserige Stege zusammen gehalten werden. Diese werden im Nachfolgenden als Flocken bezeichnet. Erklärt wird dies dadurch, dass zusätzlich zu einer entsprechenden Prozessführung ein Spinnbalken verwendet wird, das heißt, die Düsen sind in Reihe angeordnet und schließen mit der Oberfläche des Spinnbalkens ab. Das Gas strömt zunächst laminar und gleichgerichtet mit der austreten­den Harz-Schmelze, unmittelbar danach verwirbelt der Gasstrom. Das hat zur Folge, dass der anblasende Gas­strom ein inhomogenes Strömungsfeld aufbaut, der Gas­druck ist nicht über den ganzen Umfang des austreten­den Schmelzestrahls gleich und es können Querschläge und Turbulenzen auftreten, was zu Aufweitungen, teil­weise mit Verklebungen, der abgespaltenen Fibrille be­reits nach dem Austritt aus der Düse führt. Zusätzlich werden diese Aufweitungen verursacht durch die hohen Gastemperaturen, die dazu führen, dass bei den nieder­molekularen Verbindungen Vernetzungsreaktionen un­ter Gasbildung starten. Ebenso wird die Flockenbildung gefördert durch eventuell in der Schmelze enthaltene Gasbläschen. Nach dem Verlassen der Düse und dem damit verbundenen Druckabfall tritt Phasentrennung ein und die Gasbläschen vergrößern sich, was zusätzlich die Kohäsionskräfte in der Schmelze verringert und ein Zer­fasern der Schmelze und somit die Flockenbildung un­terstützt (s. Fig. 1).

[0010] Dieses Ergebnis ist überraschend, da nach dem bisherigen Verständnis zur Meltblown-Technologie zwar grundsätzlich eine Verstreckung der Einzelfilamente und ein stochastisches Abreißen dieser Filamente in Abhängigkeit von der Geschwindigkeit des Gasstromes beobachtet werden konnte. Eine Fasersplittung unter Bil­dung von feinen Endlofasern war bisher nur mit einer speziellen Düsenkonstruktion (Laval-Düse) unter über­kritischen Strömungsbedingungen beobachtet worden, bei Verwendung von niedermolekularen Verbindungen bildeten sich Feinstfasern (Fibrille) durch laminare Gas­ströme um den austretenden Schmelzestrahle, eine Flo­ckenbildung ist bisher nicht berichtet worden. Weiterhin ist überraschend, dass trotz der Flockenbildung, also des Auftretens von Eigenverklebungen und Verästelungen vor der Vliesablage, ein gleichmäßiger Vliesstoff abge­

legt wird, der ein gleichmäßiges Flächengewicht und eine ebene Oberfläche aufweist.

[0011] Für dieses Verfahren sind die Düsen bevorzugt nicht an der Spitze von Düsenkegeln angeordnet, wie in der WO 2006/100041 A1, sondern auf einem Spinnbal­ken nebeneinander. Bevorzugte Prozessbedingungen sind: ein Schmelzedurchsatz je Düse zwischen 1,0 und 1,8 g/min, besonders bevorzugt etwa 1,44 g/min, eine Temperatur der Schmelze zwischen 120 und 130 °C, be­sonders bevorzugt 130 °C, eine Temperatur des Gas­stroms zwischen 190 und 230 °C, besonders bevorzugt 220 °C, und Geschwindigkeiten des Gasstroms von 300 m/s. Der Gasstrom ist vorzugsweise ein Heißluftstrom.

[0012] Gegenstand der Erfindung ist demgemäß ein Verfahren zur Herstellung von Feinstfaservliesen und papierähnlichen Produkten aus reaktionsfähigen, ther­moplastischen, niedermolekularen Harzschmelzen, das dadurch gekennzeichnet ist, dass die Harzschmelzen in Gasmedien mit einer Gasgeschwindigkeit im Bereich von $0,2 < Ma < 1,0$ bei einer Temperatur des Gasmedi­ums oberhalb der Schmelztemperatur des verwendeten niedermolekularen Harzes hergestellt werden, wobei die aus der Düse austretenden Harzschmelzen zunächst zu feinstfaserigen Gebilden verzogen und aufgesplittet wer­den und eine Flockenbildung erfolgt, die Flocken zu ei­nem Feinstfaservlies oder zu papierähnlichen Produkten abgelegt und die thermoplastischen, niedermolekularen Harze durch Kondensation in duroplastische Harze um­gewandelt werden.

[0013] Der Einzelfaserdurchmesser in den erfindungs­gemäßen Feinstfaservliesen oder papierähnlichen Pro­dukten beträgt weniger als $5\ \mu\text{m}$. Da es sich um flocken­artige Gebilde handelt, ist nicht der Durchmesser von Einzelfasern im engeren Sinn gemeint. Gemeint ist viel­mehr der Durchmesser der faserigen Verästelungen und Stege in den Flocken, die immer auch eine Faserdurch­messerverteilung aufweisen. Diese Faserdurchmesser liegen in einem Bereich von 0,5 bis $5\ \mu\text{m}$. Die Fasern bestehen aus glasartig erstarrten, reaktiven und zur Po­lymerbildung befähigten Harzschmelzen und liegen in Form von Faserflocken vor. Die Flocken weisen zunächst noch thermoplastische Eigenschaften auf. Das Errei­chen einer durchgängigen Polymerbildung, gegebenen­falls mit einer gekoppelten Funktionalisierung, wird mit­tels gezielter, nachträglicher Einwirkung von flüssigen oder gasförmigen Katalysatoren oder anderen Reaktan­ten hervorgerufen. Erst dann liegen duroplastische Ei­genschaften vor.

[0014] Beschreibung der Figuren:

Fig. 1 zeigt schematisch eine Spinn­düse (1), aus der ein Schmelzestrahle (2) austritt. Durch den damit ver­bundenen Druckabfall tritt ein Wachstum der Gas­blasen (3) ein.

Fig. 2 zeigt die Anordnung der Molekülketten in üb­lichen Thermoplasten. Die Molekülketten sind inein­ander verschlungen.

Fig. 3 zeigt die Anordnung der thermoplastischen Oligomere in der niedermolekularen Harzschmelze, wie sie in der vorliegenden Erfindung verwendet wird. Die Harzschmelzen sind durch eine globuläre Struktur mit einer reaktiven Gleitebene an der Oberfläche gekennzeichnet. Die Harzschmelze zeigt daher kein ausgeprägtes strukturviskoses Verhalten, im Unterschied zu Thermoplasten mit linearen Molekülketten.

Fig. 4 zeigt die Temperaturverteilung im Schmelzestrahle (2). Durch den heißen Gasstrom (4) weist die Schmelze in der Randzone (6) eine gegenüber der Kernzone (5) verminderte Viskosität auf, was die Zerkleinerung des Schmelzestrahls und die Flockenbildung ermöglicht.

[0015] Die Harzschmelzen können zusätzlich weitere, die Eigenschaften beeinflussende Additive enthalten, beispielsweise Ruß (carbon black) als Antistatikum oder Pigmente zur Farbgebung. Auch Flammschutzmittel zur Optimierung der Flammschutzwirkung oder viskositätsändernde Mittel, z.B. bis zu 1 Gew.-% Wasser oder Butandiole, sind denkbar, neben anderen Additiven.

[0016] Die nach dem Verfahren erhältlichen Feinstfaservliese und papierähnlichen Produkte selbst sind ebenfalls Teil der vorliegenden Erfindung. Der Durchmesser der einzelnen Fasern darin liegt im Bereich von 1 bis 5 µm. Die Einzelfasern sind damit deutlich dünner als die nach dem Verfahren gemäß der WO 2006/100041 A1 erhaltenen.

[0017] Geeignete Harze für diese Art der Vliesbildung sind z.B.

- mono-, di- und oligomere Hexoseanhydride, insbesondere 1,2-Glucoseanhydrid. 1,2-Glucoseanhydrid ist durch Dehydratisierung von α-Glucose im Vakuum bei ca. 140°C erhältlich.
- mit Methanol verätherte Melamin-Formaldehyd-Harze (MER), insbesondere solche gemäß WO 2006/100041.

[0018] Die reaktionsfähigen niedermolekularen Harzschmelzen sind zur Polymerbildung befähigt. Sie unterscheiden sich in ihrem Aufbau grundsätzlich von den klassischen, zur Herstellung von textilen Fasern benutzten Polymerschmelzen.

[0019] Sie

- bestehen aus Monomeren und /oder Oligomeren mit 1 bis 8 Basisbausteinen (Monomer-Einheiten),
- enthalten pro Harzmolekül mindestens eine zur Polymerbildung befähigte Gruppe, zuzüglich einer großen Anzahl von zur Wasserstoffbrückenbildung befähigten Gruppen,
- besitzen aufgrund ihrer großen Anzahl von reaktiven, zur Wasserstoffbrückenbildung befähigten

Gruppen eine hohe Klebefähigkeit (Adhäsionskraft),

- können nur mit selbstansinnenden Verfahren zu faserigen Gebilden (Flocken) umgeformt werden
- neigen zur thermisch ausgelösten Oligomer-/ Polymerbildung,
- erstarren bei $T > \text{Raumtemperatur}$ zu glasartigen Körpern,
- vernetzen, insbesondere bei Einwirkung katalytischer Verbindungen und Reaktanten (z.B. Diisocyanaten, organischen oder anorganischen Säuren).

[0020] Überraschenderweise wurde gefunden, dass solche reaktionsfähigen Harzschmelzen auf Grund ihres spezifischen Fließ- und Fadenziehverhaltens auch in unterkritischen Strömungsverhältnissen $p(a)/p(i) < 0,528$ aufspießen. Der dafür erforderliche Geschwindigkeitsbereich der Gasströmung umfasst den Bereich kompressibler Gasmedien im Bereich $0,2 < Ma < 1,0$. Die Temperatur des Gasmediums ist dabei oberhalb der Schmelztemperatur des verwendeten niedermolekularen Harzes zu wählen. Das Verhältnis der Gas- und der Schmelztemperatur, gemessen in °C, liegt bei $T(g)/T(s) > 1,0$ bis 3,0.

[0021] Die für den Effekt der Faserspleißung erforderliche Randbedingung der höheren Temperatur der Gasströmung im Verhältnis zur Schmelztemperatur des Harzes wirkt hier zusätzlich positiv und gestattet ein störungsfreies Erspinnen unter Flockenbildung in hoher Qualität und Produktivität.

[0022] Weitere Einflussmöglichkeiten liegen in der Beeinflussung von Turbulenzen bei Austritt des Schmelzestrahls aus den Düsen durch Variation der Geschwindigkeitsdifferenz zwischen Schmelzestrom und Gasstrom, in der Beeinflussung der Gleichmäßigkeit der Gasströmung über den Umfang des Schmelzestrahls (Reihendüse, Kegeldüse) und in der Düsengeometrie (air gap, end gap, set back).

[0023] Bei den beschriebenen Kombination der reaktiven niedermolekularen Harzschmelzen, der Gasgeschwindigkeiten im Bereich der kompressiblen Medien mit $0,2 < Ma < 1,0$ und Temperaturen des Gasstromes, die im Verhältnis 1,0 bis 3,0 höher liegen als die Schmelztemperatur des Harzes, ergibt sich, dass bereits ein ausreichend großer Formwiderstand F

$$F = k \cdot (\rho / 2) \cdot w^2 \cdot A(St)$$

zum Aufspießen des Schmelzestromes mit anschließender Flockenbildung ausreicht. Die Geschwindigkeit des Gasstromes ist kleiner als

$$w = \sqrt{\kappa \cdot R(k) \cdot T(a)}$$

mit

$$T(a) = T(i) \cdot \left(\frac{p(a)}{p(i)} \right)^{\frac{\kappa-1}{\kappa}}$$

wobei

k = Formwiderstandsfaktor,
 ρ = Dichte des Gases,
 w = Geschwindigkeit des Gasstroms,
 A(St) = Anströmquerschnitt,
 T(a) = Gastemperatur außen,
 T(i) = Gastemperatur innen (innerhalb des Druckbehälters),
 p(a) = Gasdruck außen,
 p(i) = Gasdruck innen (innerhalb des Druckbehälters),
 K = Isentropenexponent und
 R(k) = Gaskonstante)

[0024] Die reaktiven niedermolekularen Harzschmelzen können in einem Extruder aufgeschmolzen werden oder über einen Dünnschichtverdampfer direkt dem Spinnbalken einer Meltblown-Anlage zugeführt werden. Bei Einhalten der Randbedingungen im Düsenbereich werden sehr feine Fasern im Durchmesser kleiner 5 µm erhalten, die dann durch Eigenverklebung und Verästelungen in Flockenform den Spinnbalken verlassen. Diese Flocken werden auf ein Transportband abgelegt. Die Temperatur- und Abstandsbedingungen zwischen der Düse und dem Ablage- und Transportband sind variabel, so dass die Größe der Flocken wie auch die Ablagedichte eingestellt werden können. Es können lockere, aber auch sehr dichte Vlies- und papierähnliche Strukturen entstehen.

[0025] In einer besonderen Ausführungsform kann das abgelegte Vlies auch ohne die für die Papierherstellung notwendigen Schritte des Aufschlammens und Verwirbelns der Einzelfasern direkt zu papierähnlichen Produkten verarbeitet werden. Dazu muss nur das abgelegte Vlies befeuchtet und anschließend heiß verpresst werden. Dabei wirkt die zugesetzte Flüssigkeit als Gleitmittel und bewirkt eine Neuorganisation der faserigen Flocken. In einer besonderen Ausführungsform kann Wasser als Gleitmittel eingesetzt werden. Es entsteht ein papierähnliches flächiges Material mit glatter Oberfläche. Dabei resultieren die Haltekräfte zwischen den Einzelfasern nicht wie bei "klassischen" Papieren aus chemischen Bindungen und Wasserstoffbrückenbindungen, oder wie bei kalandrierten thermoplastischen Wirrlagen aus den Verschmelzungen der Fasern untereinander, sondern aus den Verschlingungen und Verhakungen der feinstfaserigen Aminoplastflocken und deren hoher Biegesteifigkeit. Auch kann der Zusatz von Bindefasern oder Bindemitteln zur besseren Festigkeit der Papiere entfallen.

[0026] Die entstehenden Papiere zeichnen sich durch hohe Flamm- und Hitzebeständigkeit aus und können als elektrischer Isolator eingesetzt werden. Sie besitzen

eine hohe Durchschlagsfestigkeit, hohe Formbeständigkeit nach der Verarbeitung und weisen nur eine geringe elastische Rückverformung auf. Die Papiere aus duroplastischen Materialien werden über eine thermoplastische Vorstufe der oligomeren Vorkondensate in einem Direktverfahren hergestellt. Der Gewichtsanteil Aminoplast im Papier beträgt 95 % oder mehr. Er kann auch 100 Gew.-% betragen. Durch den Schritt der Heißverpressung können die Dicke des Papiers und die Bindefestigkeit eingestellt werden. Zur Erhöhung von Festigkeit, Flexibilität und Faserbindung können vor dem Heißkalandrieren bis zu 5 Gew.% duromeres Vorkondensat (Dispersion, Lösung, Pulver) oder thermoplastische Anteile, wie PVC, PA oder PEEK, in Form von Dispersion, Lösung oder Pulver zugesetzt werden.

[0027] Das so entstandene Vlies oder papierähnliche Produkt wird einer weiteren Verfahrensstufe zugeführt, in der ein flüssiger oder gasförmiger Reaktant oder Katalysator mit dem flächigen Produkt in Kontakt gebracht. Damit wird eine Polymerbildung oder Funktionalisierung der Harzschmelze erreicht. Wenn erforderlich, können weitere Behandlungsstufen, z.B. zur Neutralisation der Reaktanten oder Katalysatoren, eingebunden werden.

[0028] In einem weiteren Behandlungsschritt werden die flächigen Produkte einer thermischen Behandlung unterzogen. Die erforderlichen Behandlungstemperaturen sind im Verhältnis von 1.0 bis 4.0, bezogen auf die Schmelztemperatur (in °C) des Harzes einzustellen.

[0029] Die so entstandenen Vliese oder papierähnlichen Produkte sind für textile und technische Anwendungen einsetzbar. Besondere Eigenschaften der Produkte des Verfahrens sind Flammfestigkeit, hohe Dauergebrauchstemperatur, Schallabsorptionsvermögen und spezifische elektrische Eigenschaften.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Feinstfaservliesen oder papierähnlichen Produkten aus reaktionsfähigen, thermoplastischen, niedermolekularen Harzschmelzen, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Harzschmelzen in Gasmedien mit einer Gasgeschwindigkeit im Bereich von $0,2 < Ma < 1,0$ bei einer Temperatur des Gasmediums oberhalb der Schmelztemperatur des verwendeten niedermolekularen Harzes hergestellt werden, wobei ein Spinnbalken verwendet wird und wobei der anblasende Gasstrom ein inhomogenes Strömungsfeld aufbaut, so dass die aus der Düse austretenden Harzschmelzen zunächst zu feinstfaserigen Gebilden verzogen und aufgesplittet werden und eine Flockenbildung erfolgt, die Flocken zu einem Feinstfaservlies oder zu papierähnlichen Produkten abgelegt werden und die thermoplastischen, niedermolekularen Harze durch Kondensation in duroplastische Harze umgewandelt werden.

2. Verfahren zur Herstellung von Feinstfaservliesen oder papierähnlichen Produkten nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Durchmesser der Faserstege in den feinstfaserigen Flocken kleiner 10 μm , insbesondere kleiner 5 μm , sind. 5
3. Verfahren zur Herstellung von Feinstfaservliesen oder papierähnlichen Produkten nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Verhältnis der Temperatur des Gasstromes zu der Schmelztemperatur des Harzes, gemessen in $^{\circ}\text{C}$, im Bereich von größer 1,0 bis 3,0 liegt. 10
4. Verfahren zur Herstellung von Feinstfaservliesen oder papierähnlichen Produkten nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** die faserigen Feinstfaserflocken auf einem Transportband zu einem Vlies abgelegt und vom Gasstrom getrennt werden. 15
5. Verfahren zur Herstellung von papierähnlichen Produkten nach Anspruch 1 und 4, **dadurch gekennzeichnet, dass** dem auf einem Transportband abgelegten Vlies ein flüssiges Gleitmittel zugesetzt wird und das Vlies anschließend heiß verpresst wird. 20
6. Verfahren zur Herstellung von papierähnlichen Produkten nach einem der Ansprüche 1, 4 oder 5, **dadurch gekennzeichnet, dass** das papierähnliche Produkt aus mindestens 95 Gew. % eines Aminoplasts besteht. 25
7. Verfahren zur Herstellung von Feinstfaservliesen oder papierähnlichen Produkten nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Feinstfaservlies oder papierähnliche Produkt einer weiteren Behandlungsstufe zugeführt wird, in der ein flüssiger oder gasförmiger Reaktant oder Katalysator mit den flächigen Produkt in Kontakt gebracht und damit eine Polymerbildung oder Funktionalisierung der Harzschmelze ermöglicht wird. 30
8. Verfahren zur Herstellung von Feinstfaservliesen oder papierähnlichen Produkten nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Feinstfaservlies oder papierähnliche Produkt in einem weiteren Behandlungsschritt einer thermischen Behandlung unterzogen wird, wobei die Behandlungstemperaturen im Verhältnis von 1.0 bis 4.0, bezogen auf die Schmelztemperatur des Harzes, eingestellt werden. 35
9. Feinstfaservliese oder papierähnliche Produkte, herstellbar nach einem Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 8. 40

Claims

1. Process for preparation of microfibre webs or papery products from reactive thermoplastic low molecular weight resin melts, **characterized in that** the resin melts are formed in gas media having a gas velocity in the range from $0.2 < Ma < 1.0$ at a gas medium temperature above the melting temperature of the low molecular weight resin used, wherein a spinning beam is used and wherein the blowing stream of gas builds up an inhomogeneous field of flow whereby the resin melts emerging from the nozzle are initially attenuated into microfibrinous structures which split into flocs, the flocs are laid down as a microfibre web or as papery products and the thermoplastic low molecular weight resins are converted into thermoset resins by curing. 5
2. Process for preparation of microfibre webs or papery products according to Claim 1, **characterized in that** the diameters of the fibrous struts in the microfibrinous flocs are below 10 μm , in particular below 5 μm . 10
3. Process for preparation of microfibre webs or papery products according to Claim 1, **characterized in that** the ratio of the temperature of the stream of gas to the melting temperature of the resin, measured in $^{\circ}\text{C}$, is in the range from above 1.0 to 3.0. 15
4. Process for preparation of microfibre webs or papery products according to Claim 1, **characterized in that** the fibrous flocs of microfibre are laid down as a web on a moving belt and separated from the stream of gas. 20
5. Process for preparation of papery products according to Claims 1 and 4, **characterized in that** a liquid lubricant is added to the web laid down on a moving belt and the web is subsequently hot-pressed. 25
6. Process for preparation of papery products according to any one of Claims 1, 4 and 5, **characterized in that** the papery product consists of an amino resin to an extent of not less than 95 wt%. 30
7. Process for preparation of microfibre webs or papery products according to Claim 1, **characterized in that** the microfibre web or papery product is sent to a further treating stage where a liquid or gaseous reactant or catalyst is brought into contact with the sheetlike product to thereby enable a polymerization or functionalization of the resin melt. 35
8. Process for preparation of microfibre webs or papery products according to Claim 1, **characterized in that** the microfibre web or papery product is subjected to a thermal treatment in a further treating step wherein the treatment temperatures are established in a ratio 40

of from 1.0 to 4.0, based on the melting temperature of the resin.

9. Microfibre webs or papery products obtainable by a process according to one or more of Claims 1 to 8.

Revendications

1. Procédé de fabrication de nappes à fibres fines ou de produits analogues au papier à partir de masses fondues réactives de résine thermoplastique de faible poids moléculaire, **caractérisé en ce que** les masses fondues de résine sont fabriquées dans un milieu gazeux à une vitesse des gaz dans la plage de $0,2 < Ma < 1,0$ à une température du milieu gazeux au-dessus de la température de fusion de la résine de faible poids moléculaire utilisée, dans lequel on utilise une barre de filage et dans lequel le courant de gaz insufflé instaure un champ d'écoulement non homogène de sorte que les masses fondues de résine sortant de la filière soient d'abord laminées en produits de fines fibres et dispersées et qu'il se forme des flocons, que les flocons se déposent en nappe à fines fibres ou en produits analogues au papier et que les résines thermoplastiques de faibles poids moléculaires se convertissent en résines thermodurcissables. 10
2. Procédé de fabrication de nappes à fibres fines ou de produits analogues au papier selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** les diamètres des joncs de fibres dans les flocons de fibres fines sont plus petits que $10 \mu\text{m}$, en particulier plus petits que $5 \mu\text{m}$. 30 35
3. Procédé de fabrication de nappes à fibres fines ou de produits analogues au papier selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** le rapport de la température du courant de gaz à la température de fusion de la résine, mesurées en °C, se situe dans la plage de plus de 1,0 à 3,0. 40
4. Procédé de fabrication de nappes à fibres fines ou de produits analogues au papier selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** les flocons fibreux à fines fibres sont déposés sur une bande transporteuse en forme de nappe et séparées du courant de gaz. 45 50
5. Procédé de fabrication de produits analogues au papier selon les revendications 1 et 4, **caractérisé en ce que** l'on ajoute à la nappe déposée sur une bande transporteuse un agent lubrifiant liquide et la nappe est ensuite comprimée à chaud. 55
6. Procédé de fabrication de produits analogues au papier selon l'une quelconque des revendications 1, 4

ou 5, **caractérisé en ce que** le produit analogue au papier est constitué d'au moins 95 % en poids d'un aminoplaste.

7. Procédé de fabrication de nappes à fibres fines ou de produits analogues au papier selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** la nappe à fines fibres ou le produit analogue au papier est acheminé(e) à une autre étape de traitement, dans laquelle un réactif ou un catalyseur liquide ou gazeux est amené en contact avec le produit plat et permet donc une formation de polymère ou une fonctionnalisation de la masse fondue de résine. 5
8. Procédé de fabrication de nappes à fibres fines ou de produits analogues au papier selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** la nappe à fibres fines ou le produit analogue au papier est soumis(e) dans une autre étape de traitement à un traitement thermique, dans lequel les températures de traitement sont réglées dans le rapport de 1,0 à 4,0 par rapport à la température de fusion de la résine. 10 15 20
9. Nappes à fines fibres ou produits analogues au papier qui peuvent être fabriqué(e)s par un procédé selon une ou plusieurs des revendications 1 à 8. 25

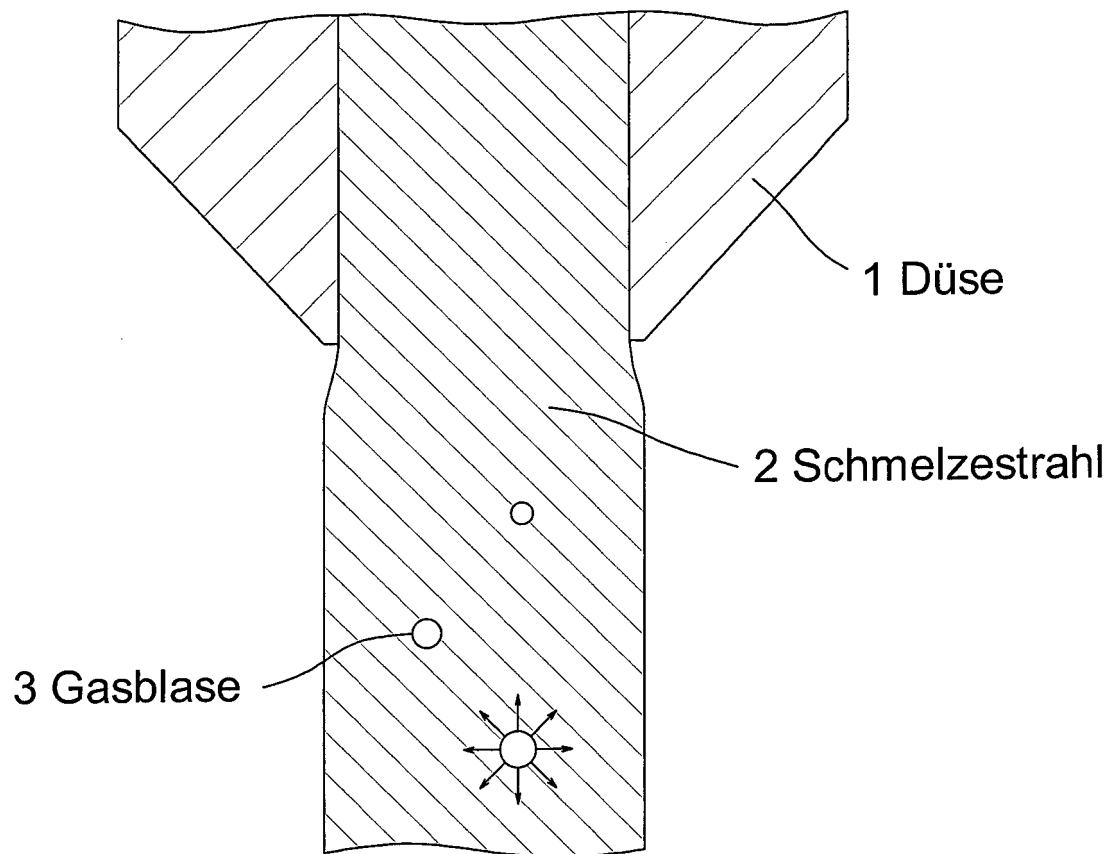


Fig. 1

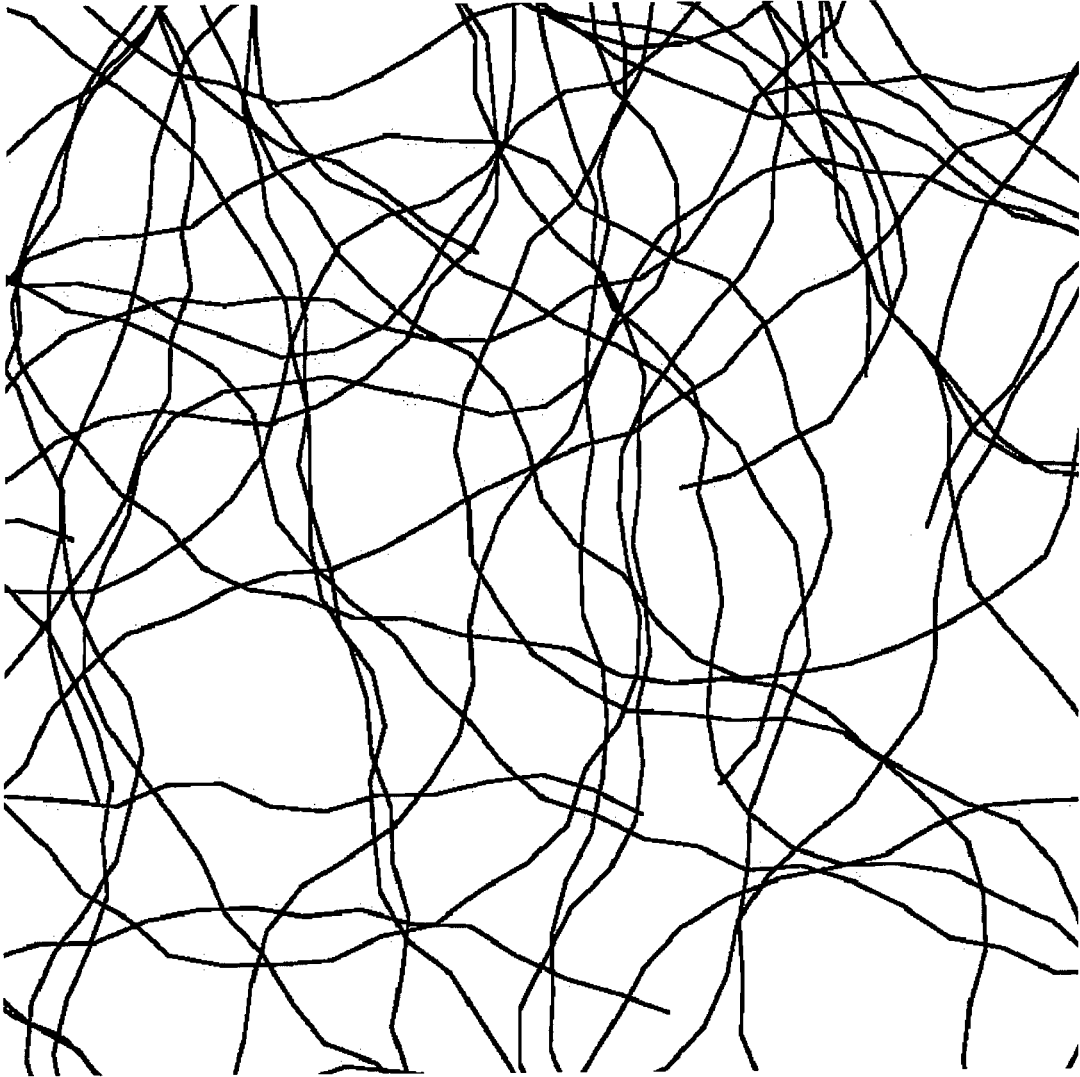


Fig. 2

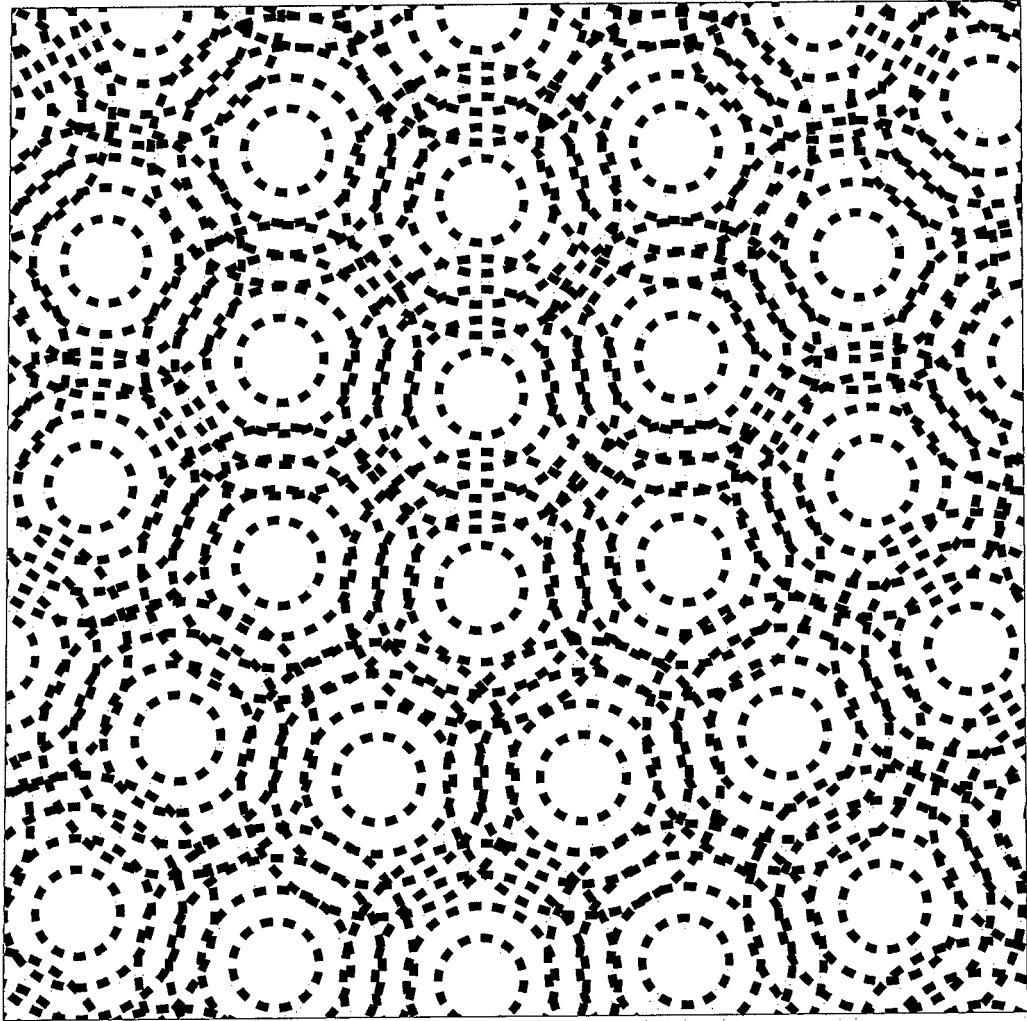


Fig. 3

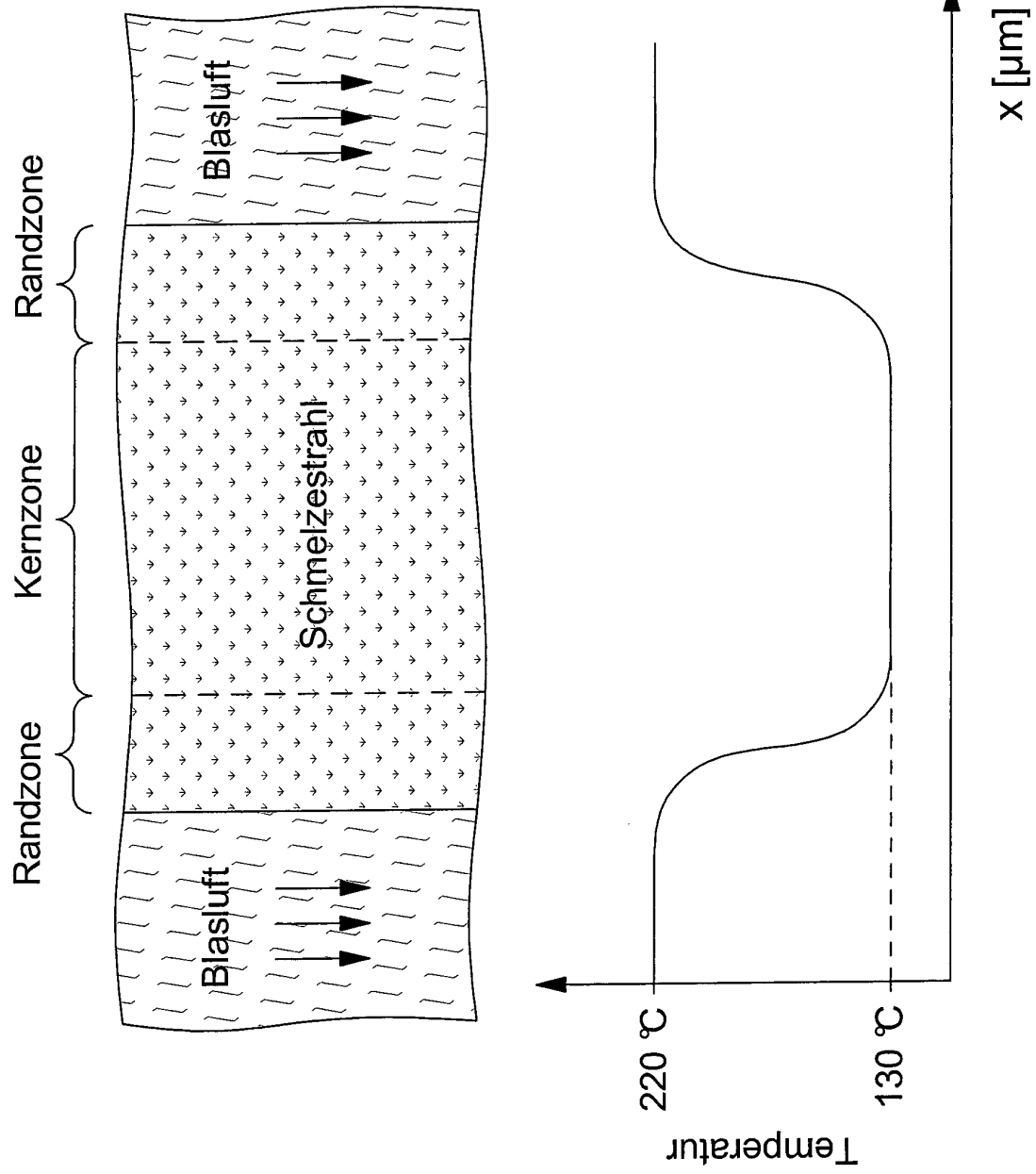


Fig. 4

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

- WO 2006037371 A [0002]
- DE 3341590 [0003]
- US 7585454 B2 [0004]
- WO 9216361 A [0005]
- DE 19929709 [0006]
- WO 2006100041 A [0007] [0017]
- WO 2006100041 A1 [0011] [0016]