



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

①9

Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein
Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

①1 **CH 654 585 A5**

⑤1 Int. Cl.⁴: **C 08 L 63/00**
C 08 K 5/17
D 06 M 15/55

// C 08 J 5/06

①2 **PATENT SCHRIFT** A5

②1 Gesuchsnummer: 1614/83

②2 Anmeldungsdatum: 24.03.1983

②4 Patent erteilt: 28.02.1986

④5 Patentschrift
veröffentlicht: 28.02.1986

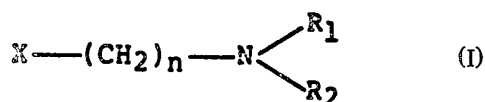
⑦3 Inhaber:
Viscosuisse S.A., Emmenbrücke

⑦2 Erfinder:
Humbrecht, Rémy, Reussbühl
Beutler, Peter, Meggen
Müller, Armin, Emmenbrücke

⑤4 **Zusammensetzung und Verfahren zur Präadhärisierung von synthetischen Fäden.**

⑤7 Eine Zusammensetzung und ein Verfahren zur Präadhärisierung von synthetischen Fäden mit guten Hafteigenschaften mit Gummi werden aufgezeigt.

Diese Zusammensetzung enthält ein Polyepoxid und ein Amin, in der das Amin ein tertiäres Amin mit folgender allgemeinen Formel darstellt:

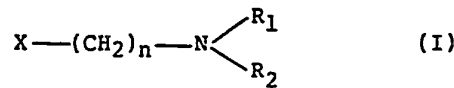


worin $1 \leq n \leq 6$, R_1 und R_2 identisch oder verschieden, ein Alkyl mit C_{1-6} , Hydroxyalkyl mit C_{1-6} , Alkylaryl oder Aryl und X H, OH, NH_2 , NHR_3 , NR_4R_5 oder R_6 , wobei R_3 , R_4 , R_5 und R_6 je Alkyl- mit C_{1-6} oder Arylgruppen bedeuten.

Die Zusammensetzung kann zusammen mit einem Lösungsmittel auf einen verstreckten Polyesterfaden aufgetragen werden. Diese Fäden werden dann nach klassischer Art mit einem RFL-Harz behandelt und können zur Verstärkung von Reifen, Schläuchen, Keilriemen und Förderbändern eingesetzt werden.

PATENTANSPRÜCHE

1. Zusammensetzung enthaltend ein Polyepoxid und ein Amin, welche Zusammensetzung zur Präadhäsierung von synthetischen Fäden mit guten Hafteigenschaften mit Gummi vorgesehen ist, dadurch gekennzeichnet, dass das Amin ein tertiäres Amin mit folgender allgemeinen Formel darstellt:



worin $1 \leq n \leq 6$, R_1 und R_2 identisch oder verschieden, ein Alkyl mit C_{1-6} , Hydroxyalkyl mit C_{1-6} , Alkylaryl oder Aryl und X H, OH, NH_2 , NHR_3 , NR_4R_5 oder R_6 , wobei R_3 , R_4 , R_5 und R_6 je Alkyl- mit C_{1-6} oder Arylgruppen bedeuten.

2. Zusammensetzung gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Verbindung (I), N,N-Dimethylbenzylamin, 3-Diethylamino-1-propylamin, 3-Dimethylamino-1-propylamin, Triethylamin, Tribenzylamin oder Triethanolamin ist.

3. Zusammensetzung gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Polyepoxid Tris-(epoxypropoxy-2,3)3-propionyl-1,3,5-hexahydro-s-triazin, Butandiol-diglycidylether, Hydantoin-Triglycidylether, Ethylenglykoldiglycidylether oder Glycerintriglycidylether ist.

4. Zusammensetzung gemäss Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass sie zudem als Lösungsmittel Wasser, Alkohol, Wasser-Alkoholgemisch oder eine Fadenpräparation enthält und darin gelöst ist.

5. Zusammensetzung gemäss Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass sie aus 5 bis 99 Gew.-% Polyepoxid, 0,01 bis 6,0 Gew.-%, bevorzugt 0,05 bis 3 Gew.-% tertiärem Amin, und der Rest aus Wasser, Alkohol oder einer Fadenpräparation besteht.

6. Verfahren zur Präadhäsierung von synthetischen Fäden mit guten Hafteigenschaften mit Gummi, dadurch gekennzeichnet, dass man auf den verstreckten Faden eine Zusammensetzung, enthaltend ein Polyepoxid und ein tertiäres Amin der Formel (I) gemäss Anspruch 1, aufträgt.

7. Verfahren gemäss Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass man als Verbindung (I) das N,N-Dimethylbenzylamin, das 3-Diethylamino-1-propylamin, das 3-Dimethylamino-1-propylamin, das Triethylamin, das Tribenzylamin oder das Triethanolamin verwendet.

8. Verfahren gemäss Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass man als Polyepoxid das Tris-(epoxypropoxy-2,3)3-propionyl-1,3,5-hexahydro-s-triazin, den Butandiol-diglycidylether, den Hydantoin-Triglycidylether, den Ethylenglykoldiglycidylether oder den Glycerintriglycidylether verwendet.

9. Verfahren gemäss Ansprüchen 6 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass man eine Zusammensetzung verwendet, die zudem als Lösungsmittel Wasser, Alkohol, Wasser-Alkoholgemisch oder eine Fadenpräparation enthält und darin gelöst ist.

10. Verfahren gemäss Ansprüchen 6 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass man auf den synthetischen Faden 0,05 bis 0,5 Gew.-% Polyepoxid und 2 bis 300, bevorzugt 5 bis 100 ppm tertiäres Amin, bezogen auf den Faden, aufträgt.

11. Verfahren gemäss Ansprüchen 6 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass man als synthetische Fäden Polyesterfäden präadhärisiert.

12. Verfahren gemäss Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass man einen verstreckten Faden präadhärisiert, der getrennt nach einem Spinn- und Streckprozess oder nach einem integrierten Spinnstreckprozess erhältlich ist.

13. Synthetische Fäden, hergestellt nach dem Verfahren gemäss Ansprüchen 6 bis 12.

5

Die Erfindung betrifft eine Zusammensetzung, enthaltend ein Polyepoxid und ein Amin, welche zur Präadhäsierung von synthetischen Fäden, insbesondere Polyesterfäden, mit guten Hafteigenschaften mit Gummi vorgesehen ist. Die Erfindung betrifft weiter ein Verfahren zur Präadhäsierung solcher synthetischer Fäden.

Um die Hafteigenschaften von synthetischen Fäden mit Gummi zu verbessern, behandelt man diese nach klassischer Art mit einem Behandlungsmittel, das eine Mischung aus Latex und Resorcinol-Formaldehyd-Harz (Bad RFL) darstellt. Dieses Behandlungsmittel lässt man dann auf den Fäden durch eine thermische Behandlung aushärten.

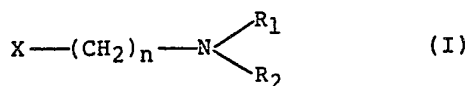
Die heute oft verwendeten Fäden zur Verstärkung von Reifen, Schläuchen, Keilriemen und Förderbändern sind Polyesterfäden. Der Nachteil der Verwendung von Polyesterfäden ist, dass sie ungenügend reaktive Endgruppen besitzen, mit der Folge, dass die Haftung Faden/RFL schlecht ist. Es ist deswegen notwendig, den Polyesterfaden einer Vorbehandlung zu unterziehen. Diese Vorbehandlung, auch Präadhäsierung genannt, wird sehr oft beim Faserhersteller selbst durchgeführt, so dass der Verbraucher die Adhäsierung mit RFL vor der Vulkanisation des Fadens mit Gummi durchführen kann.

Zahlreiche Verfahren zur Präadhäsierung des Polyesters sind bekannt. Die US-Patente 3 383 242 und 3 297 468 zum Beispiel betreffen ein Verfahren zur Vorbehandlung von Polyethylenterephthalat-Fäden, indem man auf den genannten Faden (A) eine Dispersion einer härtbaren Kombination von einem Diepoxid und einem Diamin mit primären oder sekundären Funktionen (Härtungsmittel) und (B) einer in Wasser dispergierbaren Fadenpräparation aufträgt. Dieser Auftrag erfolgt auf einem unverstreckten Faden, der aufgespult und später in einem zweiten Arbeitsgang nach dem klassischen Verfahren verstreckt wird. Der Nachteil dieses Verfahrens ist, dass man eine Zusammensetzung einsetzen muss, die bei Raumtemperatur nach einigen Stunden zu einer gelartigen Masse erstarrt. Die Haltbarkeit der Lösung ist also schlecht. Andererseits kann der Faden nicht mit beheizten Rollen, sondern nur in Öfen, d.h. auch bei langsamen Abzugsgeschwindigkeiten, verstreckt werden. Auf den Rollen würde überschüssige Präadhäsierungslösung aushärten und sich in kurzer Zeit eine Kruste aufbauen. Die nach diesem Verfahren behandelten Fäden zeigen zudem verschlechterte mechanische Eigenschaften.

Das US-Patent 3 793 425 und die DE-OS 20 56 707 betreffen ein integriertes Spinnstreck-Verfahren um Polyesterfäden herzustellen, indem man auf dem frisch gesponnenen und ebenfalls noch unverstreckten Polyesterfaden eine Zusammensetzung, enthaltend ein alkalisch gepuffertes Polyepoxid-Harz, aufträgt und danach den so behandelten Faden heissverstreckt und aufspult.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist eine Zusammensetzung zur Präadhäsierung von synthetischen Fäden, enthaltend eine Polyepoxid und ein tertiäres Amin, sowie ein Verfahren zur Präadhäsierung von synthetischen Fäden, indem die erfindungsgemässe Zusammensetzung auf den verstreckten Faden aufgetragen wird.

Die Erfindung betrifft eine Zusammensetzung, enthaltend ein Polyepoxid und ein Amin, welche zur Präadhäsierung von synthetischen Fäden, insbesondere Polyesterfäden, vorgesehen ist, dadurch gekennzeichnet, dass das Amin ein tertiäres Amin mit folgender allgemeinen Formel darstellt.



worin $1 \leq n \leq 6$, R_1 und R_2 identisch oder verschieden, ein Alkyl mit C_{1-6} , Hydroxyalkyl mit C_{1-6} , Alkylaryl oder Aryl und X H, OH, NHR_3 , NR_4R_5 oder R_6 , wobei R_3 , R_4 , R_5 und R_6 , je Alkyl- mit C_{1-6} oder Arylgruppen.

Diese Zusammensetzung hat eine bessere Stabilität als diejenige gemäss den US-Patenten 3 383 242 und 3 297 468. Die Verbindung (I) stellt ein Amin mit mindestens einer tertiären Funktion dar. Man nimmt an, dass das tertiäre Amin katalytisch auf die Reaktion zwischen Polyepoxid und Polymer wirkt. Die Gruppe X kann auch ein primäres, sekundäres oder tertiäres Amin sein. In diesem Fall verstärkt die zweite Amin-Funktion die katalytische Aktivität. Dank der Verbindung (I) wird eine Haftschrift gebildet, die allein oder zusammen mit einer RFL-Behandlung dem in Gummi einvulkanisierten Faden gute Haftung verleiht.

Die Verbindung (I) ist vorzugsweise das N,N-Dimethylbenzylamin, 3-Diethylamino-1-propylamin, 3-Dimethylamino-1-propylamin, Tribenzylamin, Triethanolamin oder Triethylamin. Der Typ des Polyepoxids der erfindungsgemässen Zusammensetzung ist nicht kritisch. Man bevorzugt speziell die Glycidylether, die allgemein durch die Reaktion von Epichlorhydrin mit einem Alkohol oder einem Phenol hergestellt werden. Das Polyepoxid kann gesättigt, ungesättigt aliphatisch, cycloaliphatisch, aromatisch, heterocyclisch oder substituiert sein. Die Verbindungen sind entweder Monomere oder Polymere mit mindestens zwei Epoxygruppen pro Molekül. Als Beispiele solcher Verbindungen können die Epoxid-Derivate des Bisphenols A oder Phthalsäure, die Epoxyphe-nol-novolac oder die Epoxycresol-novolac, die Glycidylisocyanurate, die epoxidhaltigen Derivate des Hydantoins wie der Hydantoin-Triglycidylether, die aliphatischen Glycidylether wie der Butandiolglycidylether, der Ethylenglykoldiglycidylether oder der Glycerintriglycidylether, oder noch die Glycidyl-derivate der Triazines wie das Tris-(epoxypropoxy-2,3)3-propionyl-1,3,5-hexahydro-s-triazin (TEPS) genannt werden.

Das oben erwähnte TEPS wurde schon in der Zusammensetzung gemäss US-Patent 4 121 901, wegen seiner guten Löslichkeit in Wasser, verwendet. Die erfindungsgemässe Zusammensetzung ist bevorzugt in Wasser, Alkohol, Wasser-Alkoholgemisch oder in einer Fadenpräparation gelöst. Unter Fadenpräparation sind hauptsächlich Produkte gemeint, welche die Gleit-, antistatischen und Benetz Eigenschaften des synthetischen Fadens verbessern.

Diese Zusammensetzung kann entweder allein oder zusammen mit Hilfsmitteln verwendet werden. Als Hilfsmittel versteht man Produkte, welche die Haftung des Fadens mit Gummi noch verbessern können, z.B. Carrier- oder Quellmittel wie Ethylenglykol, Caprolactam, Polyvinyl- oder Benzyl-Alkohol oder Lösungsmittel, die ein besseres Diffundieren des Epoxids in das Polymer erlauben. Netzmittel oder oberflächenaktive Mittel wie die kommerziellen Produkte QZ 13 von CIBA-GEIGY und TW-1196 von ZSCHIMMER & SCHWARZ, die Lösungen mit von Silikonen oder ethoxylierten Verbindungen darstellen, können noch eingesetzt werden. Sekundäre Präadhäsierungsmittel können auch noch aufgetragen werden, z.B. diejenigen auf der Basis von Silanen (Epoxysilane), Polychlorophenole (Vulcabond E von VUL-NAX) oder diejenigen mit freien oder blockierten Isocyanatgruppen oder Urethane, Polyimine, Polyacrylate und Polyamide. Man kann ebenfalls den erfindungsgemäss präadhärisierten Faden vor der RFL-Behandlung dem klassischen Vorbehandlungsmittel, bestehend aus einem Polyepoxid und einem blockierten Polyisocyanat, unterwerfen.

Die Menge des Polyepoxids in der erfindungsgemässen Zusammensetzung beträgt bevorzugt 5 bis 99 und diejenige der Verbindung (I) insbesondere 0,01 bis 6,0, bevorzugt 0,05 bis 3, Gew.-%. Der Rest besteht im allgemeinen aus Wasser, Alkohol, Wasser-Alkoholgemisch oder einer Fadenpräparation.

Die Erfindung betrifft weiter ein Verfahren zur Präadhäsierung von synthetischen Fäden, dadurch gekennzeichnet, dass man auf den verstreckten Faden die oben erwähnte Zusammensetzung, enthaltend ein Polyepoxid und ein tertiäres Amin der Formel (I), aufträgt. Gemäss diesem Verfahren erfolgt, im Gegensatz zum Verfahren gemäss US-Patent 3 793 425 und DE-OS 20 56 707, keine Verkrustung der Streckrollen, und die Fäden weisen gute mechanische Eigenschaften auf.

Der Typ des Polyepoxids und der Verbindung (I) ist der gleiche wie in der erfindungsgemässen Zusammensetzung, ebenso die Art der Lösung.

Die Menge des auf den Faden aufgetragenen Polyepoxids und besonders der Verbindung (I) ist gemäss der Erfindung ziemlich kritisch. Was das Polyepoxid betrifft, entstehen unter 0,05% die Probleme der ungenügenden Haftung und unregelmässigen Verteilung der Polyepoxids längs des Fadens, und eine Menge von mehr als 0,5% bringt keine bessere Haftung. Für die Verbindung (I) erhält man eine maximale Haftung des Fadens mit Gummi, wenn man sie in einer Menge von 2 bis 300 ppm, bevorzugt 5 bis 100 ppm, aufträgt. Alle oben erwähnten Aufträge betreffend Polyepoxid und Verbindung (I) beziehen sich auf den behandelten synthetischen Faden.

Der erfindungsgemäss behandelte, synthetische Faden ist vorzugsweise ein Polyesterfaden. In der vorliegenden Beschreibung versteht man unter Polyester lineare, polykondensierte Ester, hergestellt durch die Reaktion eines oder mehrerer Diole der Serie $HO(CH_2)_nOH$ mit $1 \leq n \leq 10$ mit einer Dicarbonsäure, vorzugsweise Terephthalsäure, oder einen entsprechenden Diester die Dimethylterephthalat. Die Polyester können auch mit organischen oder anorganischen Zusätzen modifiziert sein. Der verwendete Polyester für die Verstärkung von Elastomeren ist orientiert und verstreckt, um Verstärkungsfilamente mit befriedigenden mechanischen Eigenschaften für ihre Verwendung zu erhalten.

Der bevorzugte Polyester ist Polyethylterephthalat ohne Beschränkung betreffend des Gehaltes am Carboxylendgruppen oder an Diethylenglykol. Auch Polyamidfäden, sowohl mit aliphatischen als auch mit aromatischen Einheiten, können verwendet werden.

Der verstreckte Faden wird nach einem getrennten Spinn- und Streckprozess oder integrierten Spinnstreckprozess hergestellt. Beim bevorzugten integrierten Spinnstreckprozess wird der Faden bei Abzugsgeschwindigkeiten von 1200 bis 4500 m/min aufgespult. Sowohl beim getrennten Spinn- und Streckprozess als auch beim integrierten Spinnstreckprozess wird die erfindungsgemässe Zusammensetzung unmittelbar vor der Aufspulung des verstreckten Fadens oder nachträglich während seines Umspülprozesses aufgetragen.

Weitere Behandlungen des verstreckten Fadens können auch als notwendig betrachtet werden, um das Gleiten oder die Ermüdung desselben zu verbessern, z.B. das Auftragen von Polysiloxanen, Silanen, Polyethylenglykolen, Ester- oder Mineralölen.

Das erfindungsgemässe Verfahren erlaubt, einen synthetischen, insbesondere Polyesterfaden mit sehr guten mechanischen Eigenschaften und einem besseren Haftvermögen mit Gummi herzustellen. Dieses Verfahren ist andererseits einfach und sehr wirtschaftlich, da der Streckprozess nicht negativ beeinflusst wird. Der Titer des so hergestellten Polyesterfadens ist nicht kritisch. Er liegt vorzugsweise zwischen 500 und

2500 dtex und die Fibrillenzahl zwischen 80 und 500. Dieser Faden ist besonders geeignet für die Verstärkung von Gummiartikeln wie Autoreifen, Förderbänder, Keilriemen, Schläuche. Er kann auch für Artikel, die mit Polyvinylchlorid beschichtet werden, eingesetzt werden.

Der so erhaltene Faden ist dann bereit, um nach klassischer Art mit einem RFL-Bad vor der Vulkanisation mit Gummi behandelt werden zu können. Für bestimmte Einsätze wird er auch ohne RFL-Imprägnierung einvulkanisiert.

Der erfindungsgemäss präadhärisierte Faden kann auch einer zweiten Behandlung mit einem klassischen Bad von Polyepoxid, gemischt mit einer wässrigen Dispersion eines blockierten Polyisocyanates, ausgesetzt werden, bevor er mit dem RFL imprägniert und/oder einvulkanisiert wird.

Die Erfindung betrifft schliesslich auch die so hergestellten synthetischen Fäden, insbesondere Polyesterfäden ohne Einschränkung bezüglich Gehalt und Carboxylendgruppen. Selbstverständlich kann die Zusammensetzung im getrennten Spinn- und Streckprozess oder im Spinnstreckprozess auch auf den unverstreckten Faden separat oder zusammen mit der Spinnpräparation aufgetragen werden.

Das Polyepoxid, das vorteilhaft wasserlöslich ist, wird in der Regel in einer Konzentration von 5 bis 99% in der vorgelegten Menge Wasser, Wasser-Ethanolgemisch oder Lösungsmittel wie Polyglykole, Benzylalkohol, Esteröle aufgelöst. Anschliessend wird vor Gebrauch der Zusammensetzung die Verbindung (I) in einer Konzentration von 0,01 bis 6,0, bevorzugt 0,05 bis 3,0 Gew.-%, zugegeben.

Cordherstellung

Ein Polyesterfaden mit einem Titer von 1100 dtex, bestehend aus 192 Einzelfibrillen mit hohem Modul und hoher Festigkeit, wird nach einem Spinnstreck-Verfahren wie folgt hergestellt:

Das hochviskose Polymer wird im Extruder bei einer Temperatur von 280 bis 330 °C aufgeschmolzen und durch eine Spinnöse extrudiert. Nach Abkühlung in einem Blaschacht wird der Faden mit normaler Geschwindigkeit abgezogen und über eine Präparationsrolle sowie mehrere Rollenpaare, die bei verschiedenen Temperaturen und Geschwindigkeiten betrieben werden, geführt, wo er verstreckt und fixiert wird. Die Rollen können je nach den erwünschten mechanischen Fadeneigenschaften Temperaturen von 70 bis 245 °C aufweisen. Die Rollengeschwindigkeiten sind so, dass der gesponnene Faden bis auf die sechsfache Länge verstreckt werden kann. Er wird bei einer Abzugsgeschwindigkeit von 3000 m/min direkt aufgespult.

Mehrere, z.B. 2 dieser Fäden werden nach gewohnter Art zu einem sogenannten Rohcord zusammengezwirnt. Dieser wird dann mit der RFL-Lösung, bestehend aus 20% eines Resorcinol-Formaldehyd-Harzes und eines Latexes, auf einer Behandlungsmaschine imprägniert und anschliessend bei 150 °C während 30 s, dann bei 235 °C während 1 min nach klassischer Art thermisch behandelt. Dieser imprägnierte Cord wird dann im Gummi einvulkanisiert.

Die Hafteigenschaften des einvulkanisierten Cords werden nach dem Strip-Test A-300 von UNIROYAL getestet. Bei diesem Test wird die Kraft gemessen, die notwendig ist, um

zwei Gummischichten von einem einvulkanisierten Cordgewebe zu trennen. Eine Kraft (Pull) von kleiner als 10 daN bedeutet schlechte Haftung, und eine Kraft grösser als 15 oder 20 daN bedeutet gute bis sehr gute Haftung mit Gummi.

Die Appearance-Note gibt an, wie gut der Gummi an der Cordschicht haften bleibt. Die höchste Note 5 kennzeichnet eine Haftung, bei welcher der Riss im Gummi erfolgt und der Cord an der Rissfläche nicht sichtbar ist. Die schlechteste Note 0 kennzeichnet eine Haftung, bei welcher der Riss an der Grenzschicht Gummi-Cord erfolgt, so dass kein Gummi an der Cordschicht hängen bleibt. Die Noten 0,5 bis 4,5 sind Zwischenzustände. Im vorliegenden Fall hat der Cord einen Pull von 7 daN und eine Appearance-Note von 0.

15 Beispiele 1 bis 11

Die Fadenherstellung gemäss Erfindung erfolgt wie oben erwähnt, jedoch mit dem Unterschied, dass der Faden unmittelbar vor der Aufspulung über ein Präadhäsierungsaggregat, bestehend aus einem Dosierstift, geführt und die Zusammensetzung aufgetragen wird.

Die Zusammensetzung besteht auf einem Polyepoxid und einem tertiären Amin, welche in einem Lösungsmittel aufgelöst werden. Die Konzentration des Polyepoxids beträgt in unseren Beispielen 35 Gew.-%, jene des erfindungsgemäss vorgesehenen tertiären Amins ist in der Tabelle angegeben. Der Auftrag auf dem Faden beträgt gemäss den Beispielen 0,2% Epoxidharz. Der so hergestellte Faden wird mit RFL imprägniert und anschliessend einvulkanisiert.

Folgende Tabelle zeigt die Strip-Test-Resultate beim Auftragen verschiedener Zusammensetzungen.

Beispiel 1 zeigt, wie mässig die Haftung ist, wenn man nicht die erfindungsgemäss vorgesehene Verbindung (I) neben dem Polyepoxid einsetzt.

In den Beispielen 2 bis 4 kommt der katalytische Einfluss des erfindungsgemäss vorgesehenen tertiären Amins zum Ausdruck.

Beispiel 3 stellt eine optimale Aminkonzentration dar, bei welcher der Pull-Wert maximal ist.

In Beispiel 5 wurden statt 0,2 nur 0,05% Polyepoxid auf den Faden aufgetragen. Der Pullwert ist gesunken, bleibt aber immer noch höher als in Beispiel 1, wo der Polyepoxid-Auftrag viermal höher ist, aber keine Verbindung (I) eingesetzt wurde.

Die Beispiele 6 bis 10 sind ebenfalls Gegenstand unserer Erfindung. Wie man feststellen kann, spielt die Art der Polyepoxids (Di- oder Triepoxid mit unterschiedlichen Strukturen) eine nicht zu vernachlässigende Rolle (Beispiele 6 und 8). Das Lösungsmittel dagegen ist nicht kritisch (Beispiele 8 und 9). In den Beispielen 7, 8 und 10 wurden verschiedene Amine mit dem gleichen Epoxid eingesetzt.

In Beispiel 11 wurde ein Polymer, dem vor dem Aufschmelzen im Extruder Ethylenoxid zugesetzt wurde, eingesetzt. Der hergestellte Faden weist nur 5 mol/t Carboxylendgruppen auf. Der in Zusammensetzung und Verfahren erfindungsgemäss hergestellte Faden besitzt recht gute Hafteigenschaften. Im Vergleich zu Beispiel 8, wo der Faden 20 mol/t Carboxylendgruppen aufweist, sind die Hafteigenschaften nur unwesentlich schlechter.

Tabelle

Bei- spiel	Polyepoxid	Lösungsmittel	Verbindung (I)	Strip-Test	
				Pull daN	Appearance- Note
1	TEPS (a)	H ₂ O	ohne	10	1,0
2	TEPS	H ₂ O	0,5% DPA (g)	16,0	3,0
3	TEPS	H ₂ O	1,0% DPA	20,5	3,5
4	TEPS	H ₂ O	2,0% DPA	18,0	3,5
5	TEPS	H ₂ O	1,0% DPA	16,0	3,0
6	BDDG (b)	H ₂ O	0,5% DMB (f)	14,8	3,0
7	GTG (c)	H ₂ O	1,0% DMPA (e)	16,3	3,0–3,5
8	GTG	H ₂ O	0,5% DMB (f)	18,0	3,5
9	GTG	H ₂ O/Ethanol 2:1	0,5% DMB	19,0	3,0–3,5
10	GTG	H ₂ O/Ethanol	0,8% TEA (d)	20,0	3,5
11	GTG	H ₂ O	0,5% DMB (f)	15,0	3,0

(a) TEPS = Tris-(epoxypropoxy-2,3)3-propionyl-1,3,5-hexahydro-s-triazin

(b) BDDG = Butandioldiglycidylether

(c) GTG = Glycerintriglycidylether

(d) TEA = Triethanolamin

(e) DMPA = 3-Dimethylamino-1-propylamin

(f) DMB = Dimethylbenzylamin

(g) DPA = 3-Diethylamino-1-propylamin