



(12) **NEUE EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT**

(45) Veröffentlichungstag der neuen Patentschrift :
01.07.92 Patentblatt 92/27

(51) Int. Cl.⁵ : **D01F 6/18, D01D 5/04**

(21) Anmeldenummer : **83106170.0**

(22) Anmeldetag : **24.06.83**

(54) **Kontinuierliches Trockenspinnverfahren für Acrylnitrilfäden und -fasern.**

(30) Priorität : **06.07.82 DE 3225266**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung :
18.01.84 Patentblatt 84/03

(45) Bekanntmachung des Hinweises auf die
Patenterteilung :
04.12.85 Patentblatt 85/49

(45) Bekanntmachung des Hinweises auf die
Entscheidung über den Einspruch :
01.07.92 Patentblatt 92/27

(84) Benannte Vertragsstaaten :
DE FR GB IT

(56) Entgegenhaltungen :
DE-A- 1 494 553
DE-A- 1 915 577
DE-A- 2 901 860
DE-A- 2 901 862
DE-A- 2 951 803
DE-C- 974 749
US-A- 2 811 409

(56) Entgegenhaltungen :
J. Soc. Textile Cellulose Ind., Japan 16 (1960)
7, S. 539, 545-548 (referiert in "Literaturschau
Faserstoffe und Textiltechnik" 19/1960, S. 831)
"Ullmanns Encyclopädie der technischen
Chemie", 4 Auflage, Bd. 11 (1976), S. 330
Melliand-Textilberichte 6 (1974) S. 509
F. Fourné "Synthetische Fasern", 1964, Wiss.
Verlagsgesellschaft, Stuttgart, S. 168-169
Béla v.Falkai "Synthesefasern", 1981, Verlag
Chemie Weinheim, S. 102
Faserforschung und Textiltechnik 6 (1955), 10,
S. 442-449
Fiber Producer, 6 (1984), S. 34-42, insb. S.38
Rheologica Acta, Bd. 1, Nr. 2-3 (1958), S.
303-315
Chemiefasern/Textilindustrie, 6 (1981), S.
481-484

(73) Patentinhaber : **BAYER AG**
W-5090 Leverkusen 1 Bayerwerk (DE)

(72) Erfinder : **Reinehr, Ulrich, Dr.**
Röntgenstrasse 29
W-4047 Dormagen 1 (DE)
Erfinder : **Uhlemann, Hans, Dr.**
Fontanestrasse 56
W-5650 Solingen 1 (DE)

EP 0 098 477 B2

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein kontinuierliches Verfahren zur Herstellung gekräuselter Fäden und Fasern aus Acrylnitrilpolymerisaten mit mindestens 40 Gew.-% Acrylnitrileinheiten. Unter »kontinuierlichem Verfahren« wird erfindungsgemäß verstanden, daß die Fäden in einem Arbeitsgang ohne Unterbrechung nach der Methode des Trockenspinnens ersponnen, verstreckt, gekräuselt, geschrumpft, fixiert und gegebenenfalls zu Stapelfasern geschnitten werden.

Die Herstellung von Acrylfasern erfolgt üblicherweise nach Naßspinn-, Trockenspinn- und Schmelzspinn-Technologien. Während bei der Herstellung von Acrylfasern nach der Naßspinn- und Schmelzspinn-Technik bereits kontinuierlich arbeitende Verfahren bekannt geworden sind, beispielsweise der Naßspinnprozeß nach Textiltechnik 26 (1976), Seiten 479–483 oder das Schmelzextrusionsverfahren nach DE-A 2 627 457 die keinerlei Beschränkung hinsichtlich der Bandgewichte unterworfen sind, ist bisher nur ein kontinuierlich arbeitendes Verfahren zur Erzeugung von Acrylfasern nach dem Trockenspinnprozeß bekannt geworden, das nur für Multifilamentgarne mit niedrigen Bandgewichten, sogenannter Acrylseide anwendbar ist und bei dem bestimmte Bedingungen erfüllt sein müssen (US-A 2 811 409). Dieses Verfahren ist zur Herstellung von Acrylkabeln mit hohen Bandgewichten nicht geeignet.

Die beiden heute großtechnisch verwendeten Verfahren, das Naß- und das Trockenspinnverfahren, sind im Laufe ihrer Entwicklung unterschiedliche Wege gegangen. Beim Naßspinnverfahren, bei dem die Spinnlösung in ein Fällbad gesponnen wird, wo sie zu Fäden koaguliert, die ohne Unterbrechung des Verfahrens gewaschen, verstreckt, getrocknet und präpariert werden, werden Düsen mit hoher Lochzahl von ca. 10 000 verwendet. Die Spinnengeschwindigkeit ist mit 5 bis 20 m/min relativ niedrig. Beim Trockenspinnverfahren kann wegen der Gefahr der Verklebung der Fäden im mehrere Meter langen Spinn-schacht nur mit Düsen niedrigerer Lochzahlen, normalerweise 200 bis 1000 Loch, gesponnen werden, jedoch sind wesentlich höhere Abzugsgeschwindigkeiten, üblicherweise zwischen 200 und 1000 m/min möglich, so daß im Prinzip ähnlich hohe Produktionsleistungen wie beim Naßspinnverfahren erzielt werden. Wegen der hohen Spinnengeschwindigkeiten ist es jedoch beim Trockenspinnverfahren nicht möglich, das Gesamtverfahren bei hohen Bandgewichten kontinuierlich durchzuführen, da durch das Verstreckverhältnis von etwa 1 : 4 Endgeschwindigkeiten resultieren würden, die technisch nur sehr schwierig oder gar nicht zu bewältigen sind. Das Trockenspinnverfahren wird daher vor der Verstreckung unterbrochen, das Spinn-gut wird in Kannen gesammelt, aus denen es dann der weiteren Nachbehandlung zugeführt wird (Bela von Falkai, Synthesefasern, Verlag Chemie, Weinheim/Deerfield Beach, Florida/Basel (1981), S. 204–206; R. Wiedermann, Acrylfaser Spinn- und Nachbehandlungsverfahren in Chemiefasern/Textilindustrie, Juni 1981, S. 481–484, insbesondere S. 482 linke Spalte oben).

Ein diskontinuierliches Verfahren ist z. B. aus DE-A 1494 553 bekannt, bei dem mit Abzugsgeschwindigkeiten von über 300 m/min und einem Verstreckungsfaktor von 1 : 4,5 gearbeitet wird. Die Fäden werden nach Verlassen des Spinn-schachtes mit einer wäßrigen, antistatischen Präparation versehen. Nach der Unterbrechung des Verfahrens werden die Fäden verstreckt, gewaschen und in üblicher Weise fertiggestellt.

Da die Ablage des Spinn-gutes in Kannen bezüglich der Gleichmäßigkeit des Spinn-gutes, als auch aus ökonomischen und ökologischen Gründen nachteilig ist, war es Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein kontinuierliches Verfahren zur Herstellung von Acrylfasern nach der Trockenspinnmethode zur Verfügung zu stellen, bei dem sämtliche Verfahrensstufen von der Fadenbildung bis zur versandfertigen Faser in einem Arbeitsprozeß ohne irgendeine Unterbrechung oder Zwischenlagerung ablaufen, und das sich auf Spinnkabel mit hohen Bandgewichten anwenden läßt. Vorzugsweise sollte die Herstellung der Spinnlösung in den kontinuierlichen Prozeß einbindbar sein.

Überraschenderweise wurde gefunden, daß diese Aufgabe gelöst werden kann, wenn man eine Spinnlösung bestimmter Viskosität verwendet, im Spinn-schacht den Anteil des Lösungsmittels im Spinn-gut durch die Art der Lösungsmittelentfernung unter bestimmte Werte drückt, die Fäden vor dem Verstrecken mit einer Präparation versieht, die ein Gleitmittel und ein Antistatikum enthält, vorzugsweise eine wäßrige Präparation ist, wobei jedoch die Wasseraufnahme (Feuchte) der Fäden unter bestimmten Werten bleibt, und die Fäden vor dem Verstrecken mit keiner weiteren Lösungsmittel-extraktionsflüssigkeit als dem Wasser der Präparation in Kontakt bringt.

Gegenstand der Erfindung ist daher ein Verfahren zur Herstellung von Fäden und Fasern aus Acrylnitrilpolymerisaten mit mindestens 40 Gew. % Acrylnitrileinheiten in kontinuierlicher Arbeitsweise durch Verspinnen einer Spinnlösung des Polymerisates in einen Spinn-schacht, Verdampfen mindestens eines Teils des Spinnlösungsmittels im Spinn-schacht, Präparieren, Verstrecken, Kräuseln, Fixieren und gegebenenfalls Schneiden, dadurch gekennzeichnet, daß

- a) eine Spinnlösung versponnen wird, deren Viskosität bei 100°C 10 bis 60 Kugelfallsekunden (4,37 bis 26,22 Pa · s) beträgt,
- b) die Verdampfung des Lösungsmittels im Spinn-schacht so gesteuert wird, daß der Lösungsmittelgehalt

der Fäden beim Verlassen des Spinnwachtes maximal 40 Gew.-%, bezogen auf Faserfeststoffgehalt, beträgt, und der Spinnverzug des Verfahrens größer als 2 ist,

c) die Fäden vor dem Verstrecken mit einer 50 – 90 °C, vorzugsweise 80 – 90 °C warmen Präparation versehen werden, die ein Gleitmittel und ein Antistatikum enthält und den Fäden einen Feuchtegehalt von maximal 10 Gew. % bezogen auf Faserfeststoffgehalt verleiht und

d) man die Verstreckung direkt nach der Präparation in heißem Zustand, mit Kalbelbändern von mindestens 100 000 dtex und bei Kabelbandtemperaturen von 100 – 180 °C vornimmt und

e) die Fäden während des gesamten Verfahrens mit keiner weiteren Extraktionsflüssigkeit für das Spinnlösungsmittel als dem Wasser der Präparation in Kontakt treten.

Der Spinnverzug des Verfahrens ist größer als 2, insbesondere liegt er zwischen 2 und 12. In einer besonders bevorzugten Ausführungsform weist die Spinnlösung bei 100°C eine Viskosität von 15 bis 50 Kugelfallsekunden (6,56 bis 21,85 Pa · s) auf, der Lösungsmittelgehalt der Fäden beim Verlassen des Spinnwachtes beträgt max. 20 Gew.-%, insbesondere max. 10 Gew. %, bezogen auf Faserfeststoffgehalt und die Bandtemperatur beträgt beim Verstrecken 100 bis 180°C. Die Verstreckverhältnisse liegen insbesondere zwischen 2 und 12, wobei für Copolymerisat 3 bis 6 und für Homopolymerisate 5 bis 12 der bevorzugte Bereich ist.

Der Spinnverzug V ist definiert als Verhältnis von Abzugsgeschwindigkeit A zur Ausspritzgeschwindigkeit S:

$$V = \frac{A \text{ (m/min)}}{S \text{ (m/min)}}$$

Die Ausspritzgeschwindigkeit S ergibt sich zu:

$$S = \frac{4 \cdot F}{Z \cdot d^2 \cdot \pi \cdot 100}$$

mit

F = Fördermenge (cm³/min)

Z = Anzahl der Düsenlöcher pro Düse

d = Düsenlochdurchmesser (cm)

Die Fördermenge (Pumpenvolumen mal Umdrehungen pro Minute) läßt sich nach folgender Gleichung rechnen:

$$G_{ST} = \frac{P \cdot U \cdot K \cdot 0,94 \cdot 10\,000}{A \cdot 100}$$

mit

G_{ST} = Gesamtspinnfaser (dtex = g/10 000 m)

P = Pumpenvolumen (cm³)

U = Umdrehungen pro Minute (min⁻¹)

K = Konzentrationen der Spinnlösung (g/cm³)

A = Abzugsgeschwindigkeit (m/min)

Nach dem erfindungsgemäßen Verfahren ist es möglich, Spinnkabel mit einem Bandgewicht von 100 000 dtex und mehr mit so niedrigem Gehalt an Restlösungsmittel zu erzeugen, daß nach einer Heißverstreckung und einem anschließenden Kräusel- und Schrumpfprozeß der Restlösungsmittelgehalt in der fertigen Faser bzw. im Endloskabel deutlich unter 1 Gew.-% liegt, ohne daß das Spinngut mit einem Extraktionsmittel für das Spinnlösungsmittel in Berührung gekommen ist, sieht man von den Wasseranteilen der Spinnpräparation ab. Die erfindungsgemäß erhaltenen Fäden weisen Faserfestigkeiten von über 2 cN/dtex auf.

Als Acrylnitrilpolymerisate sind alle zu sogenannten Acrylfasern, bzw. Modacrylfasern verspinnbaren Acrylnitrilhomo- und -copolymerisate geeignet, vorzugsweise Acrylnitrilcopolymerisate mit mindestens 85 Gew. % Acrylnitrileinheiten. Besonders bevorzugt sind Homopolymerisate und Terpolymerisate aus 89 bis 95 Gew.-% Acrylnitril, 4 bis 10 Gew.-% eines nicht ionogenen Comonomeren und 0,5 bis 3 Gew.-% eines ionogenen Comonomeren, wobei als Comonomere zum einen Acrylsäuremethylester, Methacrylsäuremethylester und Vinylacetat und zum anderen Methallylsulfonat und Styrolsulfonat bevorzugt sind. Die Polymerisate sind bekannt.

Das erfindungsgemäße Verfahren unterscheidet sich von dem Verfahren der US-A 2 811 409 durch die unterschiedliche Viskosität der Spinnlösung, die dort nicht unter 400 Poise bei 100°C, entsprechend 91 Kugelfallsekunden bei 100°C betragen soll, wobei einzelne Beispiele auch auf 300 Poise entsprechend 69 Kugelfallsekunden heruntergehen, sowie durch den Verzug, der überwiegend zwischen 0,5 und 1,5 liegt. Beispiele mit höheren Verzügen weisen extrem hohe Viskositäten auf. Das Verfahren ist, wie erwähnt, auf sehr niedrige Bandgewichte beschränkt und bedarf eines komplizierten Spinnwachtes.

Erfindungsgemäß kann zwar auch mit niedrigen Verzügen gefahren werden, jedoch liegt der wirtschaftliche Vorteil gerade darin, daß im Gegensatz zum Stand der Technik hohe Verzüge von 10 und mehr möglich

sind. Das erfindungsgemäße Verfahren wird vorzugsweise mit einem Spinnschacht ausgeführt, bei dem die zur Verdampfung des Spinnlösungsmittels benutzte Heißluft am Kopf des Spinnschachtes, maximal 50 cm unterhalb der Spinn Düse in Längs- und/oder Querrichtung zu den Fäden eingeblasen wird.

Wesentlich für das erfindungsgemäße Verfahren ist, daß das Spinn gut, d. h. das Spinnkabel, das den Spinn schacht verläßt, ein Restlösungsmittelgehalt von unter 40 Gew.-%, insbesondere zwischen 2 und 10 Gew.-%, bezogen auf Faserstoff Trockengewicht aufweist, denn Spinn gut mit Restlösungsmittelgehalten über 40 Gew.-%, beispielsweise an Dimethylformamid, verklebt beim anschließenden Heißverstrecken über Galetten bei Bandtemperaturen ab etwa 120°C. Bleibt man, um dies zu vermeiden, bei Bandtemperaturen unterhalb 100° C, so findet eine unerwünschte Kaltverdehnung des Materials statt, d. h. eine ungleichmäßige und unvollkommene Verstreckung unter nicht exakt definierten Bedingungen, wobei die Streckgradhöhe auf maximal 3: 1 begrenzt ist. Hingegen läßt sich das Spinn gut mit Restlösungsmittelgehalten unter 40 Gew.-% über Galetten oder in eine Dämpfzone ohne Verklebungen und Abrisse bei Bandtemperaturen bis 180° C verstrecken, wobei es erforderlich ist, das Spinn gut vor der Verstreckung in noch heißem Zustand, vorzugsweise am Ende des Spinn schachtes, entweder innerhalb oder unmittelbar hinter dem Spinn schacht, mit einer Präparation zu benetzen, die ein Gleitmittel und ein Antistatikum enthält, und direkt ohne Abkühlung heiß zu verstrecken. Das Gleitmittel erlaubt eine einwandfreie Verstreckung selbst dicker Kabel von 100 000 dtex und mehr. Die Präparation kann auch Wasser als Bestandteil enthalten, jedoch ist darauf zu achten, daß das Kabel nicht über 10 Gew.-% Feuchte aufnimmt. Enthält das Kabel größere Anteile an Wasser, so kühlt es stark und ungleichmäßig ab und beim anschließenden Heißverstrecken wird trotz hoher Verstrecktemperaturen von 200°C und mehr keine einwandfreie Verstreckung mehr erzielt. Das Kabel zeigt Abrisse oder Wickelbildungen an den Galetten.

Als geeignete Gleitmittel kommen Glykole, deren Derivate, Siliconöle, ethoxylierte Fettsäuren, -alkohole, -ester, -amide, -alkylethersulfate, sowie deren Mischungen in Frage. Die Präparation kann als Antistatikum ein entsprechendes handelsübliches Präparat enthalten, beispielsweise eine übliche kationaktive, anionenaktive oder nichtionogene Verbindung, wie einen langkettigen ethoxilierten, sulfierten und neutralisierten Alkohol. Zweckmäßigerweise hat die Präparation eine Temperatur von 50–90°C, um eine Abkühlung der heißen Fadenschar zu verhindern. Die von einer Spinnmaschine mit beispielsweise 20 Spinn schächten ersponnenen Schachtbändchen vom Gesamttiter 100 000 dtex und mehr werden auf diese Weise präpariert, gebündelt und über einem Abzugsorgan einem induktiv auf über 200°C heizbarem Walzenpaar zugeführt. Durch ein- oder mehrfaches Umschlingen des Walzenpaares, gegebenenfalls mittels einer Beilaufrolle, wird ein Klemmpunkt hergestellt. Als zweiter Klemmpunkt dient ein kühlbares Abzugsquintett oder -septett, welches im Abstand von ca. 3 m zum induktiv beheizten Walzenpaar angeordnet ist und durch eine entsprechend höher eingestellte Geschwindigkeit die Verstreckung des Kabels bewirkt. Die Kühlung der Walzen am zweiten Streckorgan ist notwendig, um beim anschließenden Kräuselprozeß Verbackungen und Bandstarre, welche durch Temperaturen oberhalb von ca. 130° C–140° C bei Acrylfasern beobachtet werden, zu vermeiden. Die bei der Heißverstreckung entweichenden Spinnlösungsmittelreste werden abgesaugt und über ein Kühlsystem zurückgewonnen. Als bevorzugte Streckorgane haben sich Septettwalzen, die eingangs beheizbar und am Ende kühlbar sind, bewährt. Zur gleichmäßigen Durchführung des Streckvorganges, namentlich bei hohen Bandgewichten, läßt sich zwischen den Septettwalzen vorteilhafterweise ein mit überhitztem Dampf oder Heißluft erwärmtes Rohr integrieren.

Im allgemeinen reichen Spinnabzugsgeschwindigkeiten von 50–100 m/min vollkommen aus, um den Restlösungsmittelgehalt im Spinn gut deutlich unter 10 Gew.-% zu halten, so daß bei Streckgraden von 300–1000% Endgeschwindigkeiten von 150 bis 1000 m/min erzielt werden, die technisch beherrschbar sind.

In weiterer Ausgestaltung der Erfindung wird das Kabel anschließend je nach Geschwindigkeit in einer Stauchkammer gekräuselt oder bei Geschwindigkeiten oberhalb 300–400 m/min einer Hochleistungstexturierdüse zugeführt, in der vorzugsweise mit Hilfe von überhitztem Dampf von mindestens 105° C gekräuselt wird. Im weiteren kontinuierlichen Verfahrensablauf wird das gekräuselte Kabel zwecks Schrumpfung mit Sattedampf, überhitztem Dampf oder auch in Trockenhitze relaxiert, beispielsweise über einem Siebband, oder U-rohrförmigen Dämpfstiefel. Das ausgeschrumpfte Kabel wird anschließend – je nach Bedarf – verpackt oder zu Stapelfasern geschnitten und in Ballen gepreßt. Das Verfahren ist insbesondere für die Herstellung spinngefärbter Fäden und Fasern durch Zusatz von löslichen Farbstoffen, insbesondere kationischen Farbstoffen oder Pigmenten zur Spinnlösung geeignet, weil beim Farbwechsel durch die spezielle Aufarbeitung wesentlich weniger Ausschußmaterial anfällt.

Auch die Lösungsbereitung läßt sich ohne Mühe in das kontinuierliche Verfahren integrieren; wobei konventionelle Lösungsbereitungen oder insbesondere das folgende Verfahren Verwendung finden:

Zunächst wird bei Raumtemperatur aus dem Spinnlösungsmittel, dem Polymeren und gegebenenfalls einem Nichtlösungsmittel für das Polymer, das mit dem Spinnlösungsmittel mischbar ist, beispielsweise Wasser in einer Menge von 2 bis 20 g pro 100 g Polymer, eine Suspension hergestellt. Diese Suspension wird auf eine Temperatur aufgeheizt, die mindestens 30 und höchstens 60°C über den Temperaturen liegt, bei der die Sus-

pension optisch homogen wird, also eine Lösung entsteht, 1 bis 15 Minuten bei dieser Temperatur gehalten und danach unmittelbar der Verspinnung zugeführt.

In weiterer Ausgestaltung der Erfindung wird eine Lösungspolymerisation im verwendeten Spinnlösungsmittel, z. B. Dimethylformamid vorgeschaltet, so daß nach entsprechender Aufkonzentration und Monomerenentfernung über Dünnschichtverdampfer erstmals ein kontinuierlich arbeitendes Verfahren zur Herstellung von Acrylfasern nach einem Trockenspinnprozeß mit höchstmöglichem Automatisierungsgrad erreicht wird.

Das erfindungsgemäße Verfahren eignet sich auch zur kontinuierlichen Herstellung von Bicomponentenfäden und -fasern, bei denen die Nachbehandlungsschritte entsprechend der bekannten Technologie für Bicomponentenfäden entsprechend modifiziert werden.

Die Viskosität in Kugelfallsekunden, gemessen bei 100°C, wurde nach der Methode von K. Jost, Reologica Acta, Band 1 (1958), Seite 303, bestimmt. Es gilt dabei die Umrechnungsformel: 1 Kugelfallsekunde entspricht 4,37 Poise (437 mPa · s).

Sämtliche Temperaturen, die im Zuge des kontinuierlichen Herstellungsprozesses von Acrylfasern ab der Spinnmaschine erfaßt wurden, sind mit dem Strahlungsthermometer KT 15 (Hersteller: Fa. Heimann GmbH, Wiesbaden, BRD) berührungslos gemessen worden.

Beispiel 1

700 kg Dimethylformamid (DMF) werden in einem Kessel bei Raumtemperatur unter Rühren mit 300 kg eines Acrylnitrilcopolymerisates aus 93,6% Acrylnitril, 5,7% Acrylsäuremethylester und 0,7% Natriummethylsulfonat vom K-Wert 81 vermischt. Die Suspension wird über eine Zahnradschleuse in einen mit einem Rührwerk versehenen Spinnkessel gepumpt. Dann wird die Suspension in einem doppelwandigen Rohr mit Dampf von 4,0 bar erhitzt. Die Verweilzeit im Rohr beträgt 5 Minuten. Die Spinnlösung, welche am Rohrausgang eine Temperatur von 138° C aufweist und eine Viskosität von 19 Kugelfallsekunden (8,30 Pa · s), gemessen bei 100° C, besitzt, wird nach Verlassen der Aufheizvorrichtung auf 90° C abgekühlt, filtriert und direkt einer Spinnanlage mit 20 Spinnmäulern zugeführt.

Die Spinnlösung wird aus 1264 Lochdüsen, Düsenlochdurchmesser 0,2 mm, mit einer Abzugsgeschwindigkeit von 50 m/min und einem Spinnverzug von 7,2 trocken versponnen. Die Verweilzeit der Spinnfäden in den Spinnmäulern beträgt 5 Sekunden. Die Mäulertemperatur liegt bei 200°C und die Lufttemperatur beträgt 350°C. Die durchgesetzte Luftmenge beträgt 40 m³/h für jeden Schacht, die am Kopf des Schachtes in Längsrichtungen zu den Fäden eingeblasen wird.

Das Spinngut vom Gesamtviskosität 310 000 dtex, welches noch einen Restlösungsmittelgehalt von 11,1 Gew.-%, bezogen auf den Feststoffgehalt, besitzt, wird unmittelbar nach Verlassen der Spinnmäuler mit einer 80–90° C warmen, wässrigen, ölhaltigen, antistatischen Präparation derart benetzt, daß der Ölgehalt der Fäden 0,16 Gew. %, der Gehalt an Antistatikum bei 0,04 Gew.-% und die Feuchtigkeit 1,1 Gew. %, bezogen auf den Faserfeststoffgehalt, ausmacht. Die Dosierung der Präparation geschieht über Zahnradschleusen. Dann wird das warme Kabel über ein induktiv auf 200° C beheiztes Walzenpaar geschickt, wobei durch mehrfaches Umschlingen über eine Beilaufrolle eine Kontaktzeit von ca. 2 Sekunden erzielt wird. Das Kabel nimmt dabei eine Bandtemperatur von 156°C, gemessen mit dem Strahlungsthermometer KT 15, an. Das Kabel wird um 500% verstreckt, wobei als zweiter Klemmpunkt ein Streckseptum mit kühlbaren Walzen dient. Die Bandtemperatur nach dem Streckvorgang beträgt 80°C. Unmittelbar hierauf wird das Kabel in einer Stauchkammer gekräuselt und in einem Rohr, welches mit Satteldampf beschickt wird, relaxiert. Die Verweilzeit im Dämpfrohr beträgt ca. 4 Minuten. Das fertig ausgeschlumpfte Kabel wird anschließend zu Stapelfasern von 60 mm Schnittlänge geschnitten, verblasen und einer Packpresse zugeführt. Die auf diese Art und Weise in einem kontinuierlichen Prozeß hergestellten Acrylfasern haben einen Einzelfaserendviskosität von 3,3 dtex. Die Faserfestigkeit beträgt 3,4 cN/dtex und die Dehnung 48%. Die Fasern sind vollkommen vakuolenfrei, haben eine Dichte von 1,181 g/cm³ und eine völlig glatte strukturlöse Faseroberfläche. Aus den Fasern auf einer Hochleistungskarte mit 140 m/min hergestellte Garne besitzen eine Garnfestigkeit von 17,5 RKM, eine Dehnung von 19,4% und einen Garnkockschrumpfung von 2,2%.

In der folgenden Tabelle I ist für Spinngut vom gleichen Gesamtviskosität 310 00 dtex mit verschiedenen DMF-Gehalten die Laufweise für verschiedene Streckgrade und Bandtemperaturen wiedergegeben. Die verschiedenen DMF-Gehalte im Spinngut wurden durch Variation der Schacht-, Lufttemperatur, Luftmenge und der Verweilzeit im Spinnmäulerschacht hergestellt. Wie man der Tabelle entnehmen kann, sind für Restlösungsmittelgehalte im Spinngut oberhalb ca. 40 Gew.-% keine vernünftigen Laufweisen mit ausreichenden Faserfestigkeiten mehr zu erzielen. Das Spinngut verbackt bzw. wird nur kalt verdehnt.

In der folgenden Tabelle II wird für Spinnfäden aus verschiedenen konzentrierten Spinnlösungen eines Acrylnitrilcopolymerisates der Zusammensetzung aus Beispiel 1 vom K-Wert 81 das Spinn- und Nachbehandlungsverfahren und die Faserfestigkeiten und Dehnungen wiedergegeben. Es wurde jeweils der gleiche Gesamtviskosität

von 310 000 dtex durch Variation der Fördermenge der Spinnpumpe bei verschiedenen Konzentrationen eingestellt. Die Spinn- und Nachbehandlungsparameter entsprechen ansonsten den Angaben von Beispiel 1. Die Viskositäten der Spinnlösungen, gemessen in Kugelfallsekunden, wurden wiederum bei 100° C ermittelt. Dem Fachmann ist bekannt, daß sich die Konzentrationen der Spinnlösungen in Abhängigkeit vom K-Wert der Polymerisate auch außerhalb der Angaben von Tabelle II beeinflussen lassen. So lassen sich beispielsweise um

so höhere Spinnlösungskonzentrationen zu Fäden verspinnen, je niedriger der K-Wert ist, und umgekehrt. Entscheidend für die Fadenbildung ist jedoch jeweils die Viskosität. Hier wurden die in Tabelle II aufgeführten Grenzwerte für das Verspinnen von Spinnlösungen aus Acrylnitrilpolymerisaten zu Fäden gefunden.

Tabelle I

Nr.	DMF-Gehalt Spinngut %	Feuchte Spinngut %	Band- temperatur °C	Streckgrad	Festigkeit cN/dtex	Dehnung %	Bemerkung
1	11,1	1,9	68	1 : 2,5	—	—	Abrisse
2	11,1	1,9	72	1 : 2,5	1,6	80	
3	11,1	1,9	86	1 : 5	—	—	Abrisse
4	11,1	1,9	120	1 : 5	2,9	54	
5	22,3	1,1	120	1 : 5	2,6	64	
6	37,6	2,1	69	1 : 2,5	1,2	161	
7	43,5	1,5	71	1 : 5	—	—	Abrisse
8	43,5	1,5	71	1 : 2,5	0,8	179	Kaltverdehnung
9	43,5	1,5	120	1 : 5	—	—	Verbackungen

Tabelle II

	Nr.	Konzentration d. Spinn- lösung %	Kugelfall- sekunden	(Pa · s)	DMF-Gehalt Spinn- gut %	Festigkeit cN/dtex	Dehnung %	Bemerkungen*)
5								
10	1	24	4,8	(2,10)	13,9	—	—	nicht spinnbar, keine Fadenver- festigung
	2	26	9,6	(4,19)	12,8	3,1	56	befriedigender Lauf
15	3	28	15,7	(6,86)	12,4	3,2	53	guter Lauf
	4	30	19,0	(8,30)	11,1	3,4	48	guter Lauf
	5	32	36,2	(15,82)	10,9	3,2	52	guter Lauf
20	6	34	51,1	(22,33)	10,7	3,3	50	guter Lauf
	7	36	70,4	(30,76)	9,9	3,4	46	einzelne Abrisse
25	8	37	90,3	(39,46)	8,8	3,1	54	einzelne Abrisse
	9	37,5	130,2	(56,90)	8,6	—	—	Spinnlösung nicht mehr herstellbar, zu viskos
30								

*) guter Lauf: läuft störungsfrei ohne Kapillarabrisse, Aufschiebungen, Wickelbildung
befriedigender Lauf: hin und wieder einzelne Kapillarabrisse und Tendenz zur Wickelbildung

35 Beispiel 2

Eine Spinnlösung gemäß Beispiel 1 wird aus 380 Lochdüsen, Düsenlochdurchmesser 0,2 mm, mit einer Abzugsgeschwindigkeit von 166,6 m/min und einem Spinnverzug von 5,7 trocken versponnen. Die Verweilzeit der Spinnfäden in den Spinnmächtchen beträgt 1,5 Sekunden. Die Schachttemperatur liegt bei 160°C und die Lufttemperatur beträgt 300°C, die durchgesetzte Luftmenge liegt bei 40 m³/h für jeden Schacht. Die Viskosität der Spinnlösung liegt wieder bei 19 Kugelfallsekunden (8,30 Pa · s), gemessen bei 100° C. Die Spinnfäden vom Gesamtiter 118 000 dtex, welche noch einen Restlösungsmittelgehalt von 39,4 Gew.-% 3 an DMF besitzen, werden innerhalb der unteren Schachtverschlüsse mit einer wässrigen, ölhaltigen, antistatistischen 80–90° C warmen Präparation angesprüht. Der Ölgehalt der Fäden beträgt 0,18 Gew.-%, der Gehalt an Antistatikum bei 0,04 Gew.-% und die Feuchte 1,9 Gew.-%, bezogen auf den Feststoffgehalt. Dann wird das warme Kabel wiederum – wie im Beispiel 1 beschrieben – durchwärmt, mit einer Bandtemperatur von 133°C 3,6fach ver-
streckt, über Septettwalzen gekühlt und mit einer Bandtemperatur von 66°C gekräuselt und in einem Rohr mit Sattedampf relaxiert. Anschließend wird das ausgeschrumpfte Kabel zu Stapelfasern von 60 mm Schnittlänge geschnitten, verblasen und einer Packpresse zugeführt. Die auf diese Weise nach einem kontinuierlichen Ver-
fahren hergestellten Acrylfasern haben einen Einzelfaserenditer von 5,0 dtex. Die Festigkeit beträgt 2,1 cN/dtex und die Dehnung 39%. Die Dichte liegt bei 1,182 g/cm³. Die Faseroberfläche ist völlig glatt und riefenfrei. Aus den Fasern auf der Hochleistungskarte mit 130 m/min hergestellte Garne besitzen eine Garnfestigkeit von 12,2 RKM, eine Dehnung von 19,4% und einen Garnkochschrumpf von 3,0%.

55 Beispiel 3

Eine Spinnlösung gemäß Beispiel 1 wird aus 1264 Lochdüsen, Lochdurchmesser 0,2 mm, mit einer Abzugsgeschwindigkeit von 125 m/min und einem Spinnverzug von 6,3 trocken versponnen. Die Verweilzeit der

Spinnfäden in den Spinnschächten beträgt 2 Sekunden. Die Schachttemperatur liegt bei 200° C und die Lufttemperatur beträgt 350° C. Die durchgesetzte Luftmenge beträgt 40 m³/h für jeden Schacht. Die Viskosität der Spinnlösung beträgt wiederum 19 Kugelfallsekunden (8,30 Pa · s), gemessen bei 100°C. Das Spinngut vom Gesamttiter 356 000 dtex, welches noch einen Restlösungsmittelgehalt von 24,1 Gew.-% an DMF besitzt, wird am Spinnschachtende mit einer 80–90°C warmen, wäßrigen, ölhaltigen, antistatischen Präparation derart beaufschlagt, daß der Ölgehalt der Fäden 0,15 Gew.-%, der Gehalt an Antistatikum bei 0,04 Gew.-% und die Feuchte 2,1 Gew.-%, bezogen auf den Feststoffgehalt, beträgt. Dann wird das warme Kabel über Septettwalzen auf eine Bandtemperatur von 145°C aufgewärmt und in einem 5 m langen Rohr mit Heißdampf von 122°C beaufschlagt. Das Kabel wird in dem Dampfrohr um 900% verstreckt, wobei als zweiter Klemmpunkt wiederum ein Streckseptett mit kühlbaren Walzen dient. Unmittelbar hierauf wird das Kabel durch eine Blasdüse mit überhitztem Dampf von 140° C gekräuselt und auf einem Siebband mit Heißluft von 190° C relaxiert. Die Verweilzeit beträgt 2,5 Min. Die entweichenden Restlösungsmitteldämpfe werden über eine Absaugung und ein Kühlsystem zurückgewonnen. Das ausgeschrumpfte Kabel wird anschließend zu Stapelfasern von 60 mm Schnittlänge geschnitten und einer Packpresse zugeführt. Die auf diese Weise in einem kontinuierlichen Prozeß hergestellten Acrylfasern haben einen Einzelfaserendtitel von 1,9 dtex. Die Faserfestigkeit ist 4,7 cN/dtex und die Dehnung beträgt 13%. Die Fasern sind völlig vakuolenfrei und haben eine Dichte von 1,181 g/cm³. Aus den Fasern auf einer Hochleistungskarde mit 140 m/min hergestellte Garne besitzen eine Garnfestigkeit von 22,7 RKM, eine Dehnung von 17,5% und einen Garnkochschrumpf von 2,3%.

Beispiel 4

755 kg Dimethylformamid (DMF) wurden in einem Kessel bei Raumtemperatur unter Rühren mit 245 kg eines Acrylnitrilhomopolymerisates vom K-Wert 91 vermischt. Die Suspension wird, wie im Beispiel 1 beschrieben, gelöst, filtriert und direkt einer Spinnanlage mit 20 Spinnschächten zugeführt. Die Viskosität der Spinnlösung, gemessen bei 100°C, beträgt 38 Kugelfallsekunden (16,6 Pa · s). Die Spinnlösung wird aus 380 Lochdüsen, Düsenlochdurchmesser 0,2 mm, mit einer Abzugsgeschwindigkeit von 41,6 m/min und einem Spinnverzug von 4,8 trocken versponnen. Die Verweilzeit der Spinnfäden in den Spinnschächten beträgt 6 Sekunden. Die Schacht- und Lufttemperaturen entsprechen den Angaben von Beispiel 1. Die Luftmenge liegt bei 45 m³/h.

Das Spinngut vom Gesamttiter 114 000 dtex, welches noch einen Restlösungsmittelgehalt von 6,7 Gew.-% an DMF besitzt, wird wieder direkt am Spinnschachtende mit einer 80–90°C warmen, wäßrigen, ölhaltigen, antistatischen Präparation benetzt, so daß der Ölgehalt bei 0,22 Gew.-%, der Gehalt an Antistatikum bei 0,05 Gew.-% und die Feuchte bei 1,7 Gew. %, bezogen auf den Feststoffgehalt, liegt. Dann wird nach Beispiel 1 10fach verstreckt. Die Bandtemperatur ist 174° C. Anschließend wird wieder gekühlt, gekräuselt, relaxiert und zu Stapelfasern von 60 mm Schnittlänge geschnitten. Die auf diese Weise in einem kontinuierlichen Prozeß hergestellten Acrylfasern haben einen Faserendtitel von 1,6 dtex, eine Faserfestigkeit von 5,2 cN/dtex und eine Dehnung von 11 %. Die Fasern sind vollkommen vakuolenfrei und haben eine Dichte von 1,184g/cm³. Aus den Fasern auf der Hochleistungskarde mit 120 m/min hergestellte Garne besitzen eine Garnfestigkeit von 24,7 RKM, eine Garndehnung von 14,6% und einen Garnkochschrumpf von 3,4%.

Beispiel 5 (Vergleich)

Eine Spinnlösung gemäß Beispiel 1 wird aus 1264 Lochdüsen, Düsenlochdurchmesser 0,2 mm, mit einer Abzugsgeschwindigkeit von 208,3 m/min und einem Spinnverzug von 7,2 trocken versponnen. Die Verweilzeit der Spinnfäden in den Spinnschächten beträgt 1,2 Sekunden. Die Schachttemperatur liegt bei 160° C und die Lufttemperatur bei 260° C. Die Luftmenge beträgt 35 m³/h für jeden Schacht.

Das Spinngut vom Gesamttiter 312 000 dtex, welches noch einen Restlösungsmittelgehalt von 43,5 Gew.-% an DMF besitzt, wird wiederum unmittelbar nach Verlassen der Spinnschächte mit einer 80–90°C warmen, wäßrigen, ölhaltigen, antistatischen Präparation so benetzt, daß der Ölgehalt der Fäden 0,18 Gew.-%, der Gehalt an Antistatikum bei 0,04 Gew.-% und die Feuchte 1,7%, bezogen auf den Feststoffgehalt, beträgt. Dann wird das warme Kabel, wie im Beispiel 1 beschrieben, über ein induktiv auf 200°C beheiztes Walzenpaar geschickt und, wie dort angegeben, 1 : 5fach verstreckt. Die Bandtemperatur beträgt 179° C. Das Kabel verklebt und es kommt zu ständigen Aufläufern und Abrissen im Steckbereich an den Walzen und der Beilaufrolle. Eine weitere Temperatursteigerung bis auf 240° C, bei einer gemessenen Bandtemperatur von 204° c, sowie eine Zurücknahme des Steckgrades bringt keine Verbesserung im Laufverhalten. Erst bei einer Bandtemperatur des Kabels unterhalb 100°C, gemessen mit dem Strahlungsthermometer KT 15, läßt sich das Material wieder 1 : 5 verstrecken und auf die im Beispiel 1 beschriebene Art und Weise kontinuierlich zu Fasern nachbehandeln. Die Fasern haben einen Einzelfaserendtitel von 4,5 dtex und eine Faserfestigkeit von nur 1,3 cN/dtex

bei einer Dehnung von 123%. Offenbar findet hauptsächlich nur eine Kaltverdehnung des stark restlösungsmittelhaltigen Kabels statt. Nimmt man die Verstreckung über Septettwalzen mit zwischengeschaltetem Dampfrohr unter den Bedingungen, wie im Beispiel 3 beschrieben, vor, so gelangt man zu den gleichen Ergebnissen.

5 Beispiel 6 (Vergleich)

Eine Spinnlösung gemäß Beispiel 1 wird, wie dort beschrieben, aus 1264 Lochdüsen trocken versponnen.

Ein Teil des Spinnngutes vom Gesamttiter 310 000 dtex, welches noch einen Restlösungsmittelgehalt von 11,1 Gew.-% an DMF besitzt, wird unmittelbar nach Verlassen der Spinnschächte mit einer 80–90° C warmen, wäßrigen, ölhaltigen antistatischen Präparation derart benetzt, daß der Feuchtegehalt im Spinnngut bei 56,4 Gew.-%, der Ölgehalt bei 0,22 Gew.-% und der Gehalt an Antistatikum bei 0,04 Gew.-%, bezogen auf den Feststoffgehalt, liegt. Beim anschließenden Streckvorgang, wie im Beispiel 1 beschrieben, wird nur noch eine Bandtemperatur von 86°C erreicht. Es kommt ständig zu Abrissen im Streckfeld, so daß keine kontinuierliche Nachbehandlung möglich war.

15 Beispiel 7 (Vergleich)

Ein weiterer Teil des Spinnngutes von Beispiel 6 wird bei einer Walzentemperatur von 240° C wiederum um 500% verstreckt. Die Bandtemperatur beträgt 139° C. Dann wird das Kabel ohne Kühlung direkt in einer Stauchkammer gekräuselt und, wie im Beispiel 1 beschrieben, relaxiert. Das Kabel ist strähnig verbacken und besitzt eine Wasserstarre. Nach dem Schneiden liegen größere Mengen an unaufgelösten Schnittverbänden vor.

Patentansprüche

- 25 1. Verfahren zur Herstellung von Fasern aus Acrylnitrilpolymerisaten mit mindestens 40 Gew.-% Acrylnitrileinheiten in kontinuierlicher Arbeitsweise durch Verspinnen einer Spinnlösung des Polymerisates in einen Spinnschacht, Verdampfen mindestens eines Teils des Spinnlösungsmittels im Spinnschacht, Präparieren, Verstrecken, Kräuseln, Fixieren und gegebenenfalls Schneiden, dadurch gekennzeichnet, daß
 - 30 a) eine Spinnlösung versponnen wird, deren Viskosität bei 100°C 10–60 Kugelfallsekunden (4,37 bis 26,22 Pa . s) beträgt,
 - b) die Verdampfung des Lösungsmittel im Spinnschacht so gesteuert wird, daß der Lösungsmittelgehalt der Fäden beim Verlassen des Spinnschachtes maximal 40 Gew.-% bezogen auf Faserfeststoffgehalt, beträgt und der Spinnverzug des Verfahrens größer als 2 ist,
 - 35 c) die Fäden vor dem Verstrecken einer 50–90°C, vorzugsweise 80–90°C warmen Präparation versehen werden, die ein Gleitmittel und ein Antistatikum enthält und dem Faden einen Feuchtegehalt von maximal 10 Gew.-%, bezogen auf Faserfeststoffgehalt, verleiht,
 - d) man die Verstreckung direkt nach der Präparation, in heißem Zustand mit Kabelbändern von mindestens 100.000 dtex und bei Kabelbandtemperaturen von 100–180°C vornimmt und
 - 40 e) die Fäden während des gesamten Verfahrens mit keiner weiteren Extraktionsflüssigkeit für das Spinnlösungsmittel als dem Wasser der Präparation in Kontakt treten.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Spinnlösung eine Viskosität von 15–50 Kugelfallsekunden bei 100°C (6,56 bis 21,85 Pa . s) aufweist und der Lösungsmittelgehalt beim Verlassen des Spinnschachtes maximal 20 Gew.-%, bezogen auf Faserfeststoffgehalt, beträgt.
- 45 3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Verstreckverhältnis 2 bis 12 beträgt.
4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Spinnlösungsherstellung in den kontinuierlichen Prozeß eingebunden wird.
5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Spinnlösung durch Lösungspolymerisation im verwendeten Spinnlösungsmittel hergestellt wird.
- 50 6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man der Spinnlösung lösliche Farbstoffe oder Pigmente zusetzt und spinngefärbte Fäden und Fasern erzeugt.
7. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die zur Verdampfung des Spinnlösungsmittels benutzte Heißluft am Kopf des Spinnschachtes, maximal 50 cm unterhalb der Spinnndüse in Längs- und/oder Querrichtung zu den Fäden eingeblasen wird.
- 55 8. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß bei Streckgeschwindigkeiten oberhalb 300 m/min. in einer Blasdüse mit überhitztem Dampf von mindestens 105°C gekräuselt wird.

Claims

1. Process for preparing filaments and fibres made of acrylonitrile polymers which contain at least 40% by weight of acrylonitrile units in a continuous operation by spinning a spinning solution of the polymer into a spinning cell, evaporating at least some of the spinning solvent in the spinning cell spinning, stretching, crimping, heat-setting and, if desired, cutting, characterised in that
 - a) a spinning solution is spun which has a viscosity at 100°C of 10 to 60 falling-ball seconds (4.37 to 26.22 Pa . s),
 - b) the evaporation of the solvent in the spinning cell is controlled in such a way that on leaving the spinning cell the solvent content of the filaments is at most 40% by weight, relative to the solids content of the fibre, and that the draw-down of the process is greater than 2
 - c) before stretching the filaments are treated with a 50 – 90 °C, preferably 80 – 90 ° C warm spin-finish which contains a lubricant and an antistat and gives the filaments a moisture content of at most 10% by weight, relative to the solid content of the fibre,
 - d) stretching is carried out with at least 100,000 dtex tows., and the tow temperature during stretching is 100 to 180° C
 - e) during the whole process the filaments have no contact with any other extraction liquid for the spinning solvent than the water in the spin-finish.
2. Process according to Claim 1, characterised in that the spinning solution has a viscosity of 15–50 falling-ball seconds at 10° C (6,56 to 21,85 Pa . s), the solvent content of the filaments on leaving the spinning cell is at most 20% by weight, relative to the solids content of the fibre
3. Process according to Claim 1, characterised in that the stretching ratio is 2 to 12.
4. Process according to Claim 1, characterised in that the spinning solution is prepared as part of the continuous process.
5. Process according to Claim 4, characterised in that the spinning solution is prepared by solution polymerisation in the spinning solvent used.
6. Process according to Claim 1, characterised in that soluble dyestuffs or pigments are added to the spinning solution to produce spun-dyed filaments and fibres.
7. Process according to Claim 1, characterised in that the hot air used to evaporate the spinning solvent is blown in at the head of the spinning cell, at most 50 cm below the spinning jet, along or across the filaments.
8. Process according to Claim 1, characterised in that crimping is effected in a blowing jet with superheated steam of at least 105° C at stretching speeds above 300 m/min.

Revendications

1. Procédé pour produire des fils et fibres à partir de polymères de l'acrylonitrile comportant au moins 40% en poids de motifs acrylonitrile, dans un mode opératoire en continu, par filage d'une solution du polymère à filer dans une zone de filage, évaporation d'au moins une partie de la solution de filage dans la zone de filage, préparation, étirage, frisage, fixage et éventuellement découpage, caractérisé en ce que:
 - a) on file une solution à filer dont la viscosité à 100°C est de 10 à 60 s de chute de bille (4,37 à 26,22 Pa . s),
 - b) on règle l'évaporation du solvant dans la zone de filage de manière que la teneur en solvant des fils, lorsqu'ils quittent la zone de filage, soit au maximum de 40% en poids par rapport à l'extrait sec des fibres, le taux d'étirage au filage est, pour le procédé supérieur à 2.
 - c) on munit les fils, avant leur étirage, d'une préparation chaude de 50 à 90 °C, de préférence de 80 à 90 °C, qui contient un lubrifiant et un agent anti-électricité statique et l'on confère aux fils une teneur en humidité d'au maximum 10% en poids, par rapport à l'extrait sec des fils,
 - d) qu'on effectue l'étirage avec des câbles d'au moins 100 000 dtex et la température du ruban lors de l'étirage est de 100 à 180°C et
 - e) pendant la totalité du procédé, les fils ne viennent en contact d'aucun autre liquide, destiné à extraire le solvant de filage, que l'eau de la préparation.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la solution à filer présente une viscosité correspondant à 15 à 50 s de chute de bille à 100°C (6,56 à 21,85 Pa . s), la teneur en solvant des fils, lorsqu'ils quittent la zone de filage, est au maximum de 20% en poids, par rapport à l'extrait sec des fibres.
3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le rapport d'étirage est de 2 à 12.
4. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la préparation de la solution de filage est incorporée au procédé continu.

5. Procédé selon la revendication 4 caractérisé en ce que la solution de filage est préparée par polymérisation en solution dans le solvant utilisé pour le filage.

6. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on ajoute à la solution de filage des colorants solubles ou des pigments et l'on produit des fils et fibres teints au filage.

5 7. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que, l'on insuffle à la tête de la zone de filage, à 50 cm au maximum au-dessous de la buse de filage, dans le sens longitudinal et/ou transversal des fils, de l'air chaud servant à évaporer le solvant de filage.

8. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que, en cas de vitesses supérieures à 300 m/min, on effectue le frisage dans une buse éjectrice en utilisant de la vapeur surchauffée à 105°C au moins.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55