

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
28. September 2006 (28.09.2006)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2006/100041 A1

(51) Internationale Patentklassifikation:
D04H 3/03 (2006.01) **C08G 12/32** (2006.01)
D01F 6/76 (2006.01)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2006/002597

(22) Internationales Anmeldedatum:
21. März 2006 (21.03.2006)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
10 2005 013 420.3 21. März 2005 (21.03.2005) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme
von US): **AMI AGROLINZ MELAMINE INTERNA-
TIONAL GBMH** [AT/AT]; St.-Peter-Strasse 25, A-4021
Linz (AT).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): **RIEDEL, Bernd**
[DE/DE]; Ortsstrasse 16, 07333 Unterwellenborn (DE).
BUCKA, Hartmut [DE/AT]; Nr. 125, A-4622 Eggendorf
(AT).

(74) Anwalt: **GROSS, Felix**; Maikowski & Ninnemann, Post-
fach 15 09 20, 10671 Berlin (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für
jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL,
AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH,
CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES,
FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE,
KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV,
LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NG, NI,
NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG,
SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US,
UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für
jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW,
GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG,
ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU,
TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK,
EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC,
NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG,
CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Ab-
kürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Co-
des and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der
PCT-Gazette verwiesen.

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING DUROPLASTIC FINE-FIBER NON-WOVENS HAVING A HIGH FLAME-RETAR-
DANT, THERMAL PROTECTIVE AND SOUND INSULATING EFFECT

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON DUROPLASTISCHEN FEINSTFASERVLISEN MIT HOHER
FLAMM-, THERMO- UND SCHALLSCHUTZWIRKUNG

(57) Abstract: The invention relates to a method for producing duroplastic fine-fiber non-wovens, characterized in that: a) melts of reactive three-dimensionally cross-linkable, non-linear prepolymers are extruded by nozzles; b) the exiting melts are blown by means of hot air to form fine fibers; c) the fine fibers are separated by the flow of air and deposited to form a non-woven comprised of a fine-fiber weave; d) the non-woven is subsequently compacted, and; e) the non-woven is treated with a medium that initiates a three-dimensional cross-linking, and the fine fibers in the non-woven are inherently bonded and/or hardened in a subsequent thermal post-hardening. This enables duroplastic fine-fiber non-wovens to be economically produced that have both a high flame retardant effect as well as a high thermal protection, sound insulation and filtering capacity.

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von duroplastischen Feinstfaservliesen, dadurch gekennzeichnet, dass a) Schmelzen von reaktiven, dreidimensional vernetzbaren, nichtlinearen Präpolymeren durch Düsen, gepresst, b) die austretenden Schmelzen mittels heißer Luft zu Feinstfasern verblasen, c) die Feinstfasern vom Luftstrom getrennt und zu einem aus einem Feinstfasergeflecht bestehenden Vlies abgeschieden werden, d) das Vlies anschließend verdichtet, e) mit einem eine dreidimensionale Vernetzung auslösenden Medium behandelt und in einer anschließenden thermischen Nachhärtung die Feinstfasern im Vlies eigenverklebt und/oder ausgehärtet werden. Damit sind duroplastische Feinstfaservliese kostengünstig herstellbar, die sowohl eine hohe Flammenschutzwirkung als auch eine hohe Thermoschutz-, Schallschutz- und Filterfähigkeit besitzen.

WO 2006/100041 A1

Verfahren zur Herstellung von duroplastischen Feinstfaservliesen mit hoher Flamm-, Thermo- und Schallschutzwirkung

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von duroplastischen
5 Feinstfaservliesen.

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren wird von reaktiven, dreidimensional vernetzbaren, nichtlinearen Präpolymeren, vorzugsweise von verätherten Melamin-Formaldehyd-Harzen, ausgegangen. Die Schmelzen dieser
10 Präpolymeren werden durch Düsen gepresst, die austretenden Schmelzen mittels heißer Luft zu Feinstfasern verblasen, die Feinstfasern vom Luftstrom getrennt und zu einem aus einem Feinstfasergeflecht. Das insbesondere unverfestigte Vlies wird anschließend verdichtet, mit einem eine dreidimensionale Vernetzung auslösenden Medium behandelt und anschließend thermisch nachgehärtet, wobei
15 es zu einer Eigenverklebung und/oder Aushärtung der Vliesfasern kommt. Es entstehen Vlieskörper, welche aufgrund ihrer hohen Flamm- und Schallschutzwirkung sowie ihrer guten Thermo- und Filterfähigkeit vielfältig Verwendung finden.

20 Dabei ist es besonders vorteilhaft, wenn ein unverfestigtes Vlies, das auch als Wirrlage (lose zusammenliegende Fasern) bezeichnet wird, abgeschieden wird.

Feinstfaservliese, die sich hervorragend für die Filtration sowie den Thermo- und Schallschutz eignen, werden in großen Mengen aus schmelzbaren Polymeren
25 nach dem bekannten Meltblown-Verfahren hergestellt. Beim Meltblown-Verfahren wird ein niedrig viskoser Schmelzestrahle eines thermoplastischen Polymeren in einen heißen Luftstrom hoher Geschwindigkeit extrudiert. Dabei wird die Schmelze zu Feinstfasern zerstreut, abgekühlt und auf einem Siebband abgelegt. Nachteilig ist, dass dieses kostengünstige Verfahren nur auf thermoplastische
30 Polymere beschränkt ist, welche jedoch eine ungenügende Flamm- und Schallschutzwirkung aufweisen. Die flammfesten, duroplastischen Polymere konnten bislang nicht nach solchen Verfahren zu Fasern verarbeitet werden.

Es ist seit langem bekannt, mit duroplastischem Phenolharz verfestigte Baumwollvliese als Schall- und Thermoschutz im Automobilsektor einzusetzen (Becker/Braun, Kunststoff-Handbuch: Duroplaste, Seite 763, Hanser Verlag München). Der Nachteil dieser Vliese ist ihre hohe Flächenmasse und ihre
5 ungenügende Flammbeständigkeit.

Weiter bekannt sind duroplastische Melaminharz enthaltende Fasern sowie daraus hergestellte Vliese, die eine sehr gute FlammSchutzwirkung aufweisen. So beschreiben die DE 19515277, die DE 10133787 oder die DE 19753834 die
10 Herstellung von Fasern aus wässrigen Melamin - Phenol - Formaldehyd Vorkondensaten. Dabei wird die wässrige Vorkondensatlösung durch Spinndüsen gepresst, die entstehenden Fasern anschließend getrocknet und bei erhöhter Temperatur ausgehärtet. Die Fasern können anschließend nach bekannten Verfahren zu nicht brennbaren Vliesen verarbeitet werden. Ein wesentlicher
15 Nachteil solcher Vliese ist, dass sich die Fasern bei der Vliesbildung nur ungenügend miteinander verflechten und damit die Festigkeit der Vliese nicht ausreichend ist. Oft ist der Zusatz von vliesbildenden Hilfsfasern wie Baumwolle erforderlich.

Ein weiterer Nachteil besteht in der Trennung der Verfahrensstufen „Faserherstellung“ und „Vliesbildung“, wodurch das Vliesherstellungsverfahren unerwünscht kompliziert ist. Nachteilig ist weiterhin, dass bei der Herstellung des Fasermaterials bislang nur wässrige Melaminharz-Vorkondensat-Lösungen eingesetzt werden, was ein energetisch aufwendiges Verdampfen des Wassers
20 während des Fadenbildungsprozesses erforderlich macht.
25

Die EP 1 403 405 A2 beschreibt Endlosfäden, die durch Schmelzen von Oligo- und/oder Polytriazinether enthaltenden Aminoplast-Polymeren herstellbar sind. Die Aminoplast-schmelzen werden hier mittels Düsen versponnen und
30 anschließend unter Härtung bis zum gewünschten Durchmesser zu endlosen Filamenten verzogen. Die gehärteten Aminoplastfäden können aufgespult, zu einem Strang gebündelt oder zu einem Flächengebilde abgelegt werden. Nachteilig dabei ist wiederum das komplizierte Vliesherstellverfahren, bei dem

zuerst die Endlosfäden gebildet, diese anschließend zu Fasern geschnitten und schließlich zum Flächengebilde verfestigt werden müssen.

Es stellte sich demnach die Aufgabe, ein Verfahren zu entwickeln, mit dem duroplastische Feinstfaservliese kostengünstig hergestellt werden können, die
5 sowohl eine hohe FlammSchutzwirkung als auch eine hohe Thermoschutz-, Schallschutz- und Filterfähigkeit besitzen.

Die Aufgabe wird dadurch gelöst, dass Schmelzen von reaktiven, dreidimensional vernetzbaren, nichtlinearen Präpolymeren durch Düsen gepresst, die
10 austretenden Schmelzen mittels heißer Luft zu Feinstfasern verblasen, die Feinstfasern vom Luftstrom getrennt und zu einem aus einem Feinstfasergeflecht bestehenden Vlies abgeschieden werden. Das Vlies wird anschließend verdichtet, mit einem eine dreidimensionale Vernetzung auslösenden Medium behandelt und in einer anschließenden thermischen Nachhärtung die Feinstfasern eigenverklebt
15 und/oder ausgehärtet werden.

Dabei ist es besonders vorteilhaft, wenn die Feinstfasern vom Luftstrom getrennt werden und als unverfestigtes Vlies, einer so genannten Wirrlage, abgeschieden werden.

20

Überraschend dabei ist, dass, obwohl die reaktiven, drei-dimensional vernetzbaren, nichtlinearen Präpolymeren im festen Zustand eine hohe Sprödigkeit aufweisen und ohne besonderen Kraftaufwand leicht zerrieben werden können, bei dem erfindungsgemäßen Verfahren sich aus den Schmelzen dieser
25 Präpolymeren nach dem Verlassen der Düse, trotz der starken Turbulenzen und Reibungskräfte in der Blasluft bzw. im Faser/Luftstrom, Feinstfasern bilden bzw. diese ohne zu Feinstpartikel zerrieben zu werden, insbesondere zu einem unverfestigten Vlies, welches unter Krafteinwirkung verdichtet bzw. verformt werden kann, ablegen lassen.

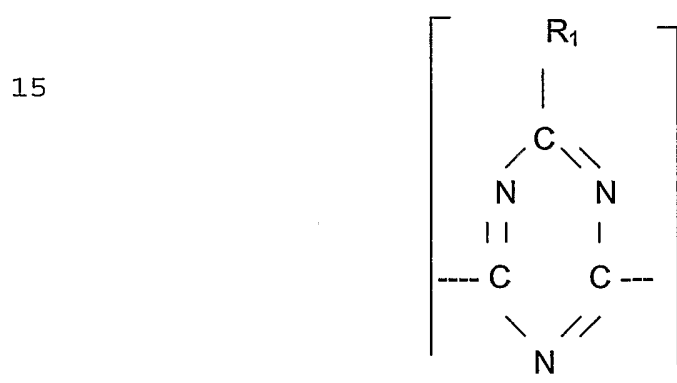
30

Überraschend ist auch, dass die gebildeten Feinstfasern eine ungeordnete jedoch für die Vliesbildung und den Vlieszusammenhalt vorteilhafte kleinteilige Kräuselstruktur aufweisen.

Überraschend ist weiterhin, dass die gebildeten Feinstfasern auch in Form von Endlosfilamenten vorliegen können.

Überraschend ist auch, dass die Feinstfasern, nach Einwirkung des die dreidimensionale Vernetzung auslösenden Mediums, an ihren Berührungsflächen im Vlies miteinander eigenverkleben können, ohne dass zusätzliche Bindemittel zugesetzt wurden.

Für die Durchführung des Verfahrens ist es von Vorteil, wenn die reaktiven vernetzbaren, nichtlinearen Präpolymeren aus mit Alkoholen verätherten Melamin-Formaldehyd-Harze aus schmelzbaren 4- bis 18-Kern-Oligotriazinethern bestehen, wobei in den Oligotriazinethern die Triazinsegmente



$R_1 = -\text{NH}_2, -\text{NH-CHR}_2\text{-O-R}_3, -\text{NH-CHR}_2\text{-O-R}_4\text{-OH}, -\text{CH}_3, -\text{C}_3\text{H}_7, -\text{C}_6\text{H}_5, -\text{OH},$
Phthalimido-,

Succinimido-, $-\text{NH-CO-C}_5\text{-C}_{18}\text{-Alkyl}, -\text{NH-C}_5\text{-C}_{18}\text{-Alkylen-OH}$

$-\text{NH-CHR}_2\text{-O-(CH}_2\text{)}_{5-18}\text{-N}$ $\begin{array}{l} \diagup \text{CO-CHR}_2 \text{ -NH-CHR}_2\text{-O-C}_5\text{-C}_{18}\text{-Alkylen-NH}_2, \\ | \\ \diagdown \text{CO-CHR}_2, \text{-NH-C}_5\text{-C}_{18}\text{-Alkylen-NH}_2, \end{array}$

$-\text{NH-CHR}_2\text{-O-R}_4\text{-O-CHR}_2\text{-NH-}, -\text{NH-CHR}_2\text{-NH-}, -\text{NH-CHR}_2\text{-O-C}_5\text{-C}_{18}\text{-Alkylen-NH-},$

$-\text{NH-C}_5\text{-C}_{18}\text{-Alkylen-NH-}, -\text{NH-CHR}_2\text{-O-CHR}_2\text{-NH-},$

$R_2 = \text{H}, \text{C}_1\text{-C}_7\text{-Alkyl};$

$R_3 = \text{C}_1\text{-C}_{18}\text{-Alkyl}, \text{H};$

$R_4 = C_2-C_{18}$ -Alkylen, $-[CH_2-CH_2-O-CH_2-CH_2]_n-$, $-[CH_2-CH(CH_3)-O-CH_2-CH(CH_3)]_n-$,
 $-[O-CH_2-CH_2-CH_2-CH_2]_n-$
 $-[(CH_2)_{2-8}-O-CO-C_6-C_{12}$ -Aryl-CO-O- $(CH_2)_{2-8}]_n-$,
 $-[(CH_2)_{2-8}-O-CO-C_6-C_{12}$ -Alkylen-CO-O- $(CH_2)_{2-8}]_n-$,
 wobei $n = 1$ bis 200 ,

Siloxangruppen enthaltende Sequenzen des Typs

C_1-C_4 -Alkyl C_1-C_4 -Alkyl, $-(C_1-C_{18})$ -Alkyl - O - Si - O - $[Si]_{1-4}$ - O - $-(C_1-C_{18})$ -Alkyl -, C_1 -
 C_4 -Alkyl, C_1-C_4 -Alkyl

10 Siloxangruppen enthaltende Polyestersequenzen des Typs

$-[(A)_r-O-CO-(B)_s-CO-O-(A)]_r-$, bei denen

$A = \{(CH_2)_{2-8}-O-CO-(C_6-C_{14})$ -Arylen-CO-O- $(CH_2)_{2-8}\}$ oder
 $-\{(CH_2)_{2-8}-O-CO-(C_2-C_{12})$ -Alkylen-CO-O- $(CH_2)_{2-8}\}$;
 C_1-C_4 -Alkyl C_1-C_4 -Alkyl

15 $B = -\{(C_6-C_{14})$ -Arylen-CO-O- $\{(Si-O-[Si-O]_y-CO-(C_6-C_{14})$ -Arylen- $\}$

C_1-C_4 -Alkyl C_1-C_4 -Alkyl oder

C_1-C_4 -Alkyl C_1-C_4 -Alkyl

$\{O-CO-(C_2-C_{12})$ -Alkylen-CO-O- $\{(Si-O-[Si-O]_z-CO-(C_2-C_{12})$ -Alkylen-CO- $\}$;

C_1-C_4 -Alkyl C_1-C_4 -Alkyl

20 $r = 1$ bis 70 ; $s = 1$ bis 70 und $y = 3$ bis 50 bedeuten;

Siloxangruppen enthaltende Polyethersequenzen des Typs

C_1-C_4 -Alkyl C_1-C_4 -Alkyl

$-CH_2-CHR_2-O-\{(Si-O-[Si-O]_y-CHR_2-CH_2-$

C_1-C_4 -Alkyl C_1-C_4 -Alkyl

25 wobei $R_2 = H$; C_1-C_4 -Alkyl und $y = 3$ bis 50 bedeuten;

Sequenzen auf Basis von Alkylenoxidaddukten des Melamins vom Typ

2-Amino-4,6-di- C_2-C_4 -alkylenamino-1,3,5-triazin – Sequenzen

30 Phenolethersequenzen auf Basis zweiwertiger Phenole und C_2-C_8 -Diolen

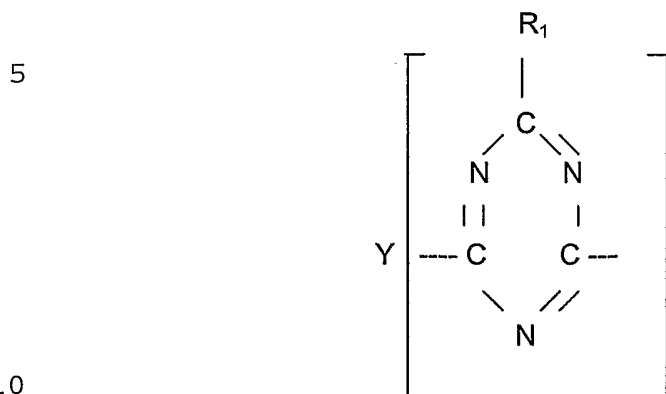
vom Typ

$-C_2-C_8$ -Alkylen-O- (C_6-C_{18}) -Arylen-O- (C_2-C_8) -Alkylen-Sequenzen

durch Brückenglieder $-NH-CHR_2-O-R_4-O-CHR_2-NH-$ und $-NH-CHR_2-NH-$ sowie

35 gegebenenfalls $-NH-CHR_2-O-CHR_2-NH-$, $-NH-CHR_2-O-C_5-C_{18}$ -Alkylen-NH- bzw. -
 $NH-C_5-C_{18}$ -Alkylen-NH- zu 4- bis 18-Kern-Oligotriazinethern mit linearer und/oder
 verzweigter Struktur verknüpft sind,

wobei die endständigen Trinzinsegmente in den Oligotriazinethern
Triazinsegmente der Struktur



Y = -NH-CHR₂-O-R₃, -NH-CHR₂-O-R₄-OH sowie gegebenenfalls -NH-CHR₂-O-C₅-
C₁₈-Alkylen-NH₂,
-NH-C₅-C₁₈-Alkylen-NH₂, -NH-C₅-C₁₈-Alkylen-OH,

15 R₁ = -NH₂, -NH-CHR₂-O-R₃, -NH-CHR₂-O-R₄-OH, -CH₃, -C₃H₇, -C₆H₅, -OH,
Phthalimido-

Succinimido-, -NH-CO-R₃, -NH-C₅-C₁₈-Alkylen-OH, -NH-C₅-C₁₈-Alkylen-NH₂,
-NH-CHR₂-O-(CH₂)₅₋₁₈-N -NH-CHR₂-O-C₅-C₁₈-Alkylen-NH₂,
CO - CHR₂,
20

R₂ = H, C₁-C₇ - Alkyl;

R₃ = C₁-C₁₈ - Alkyl, H;

25 R₄ = C₂-C₁₈-Alkylen, -[CH₂-CH₂-O-CH₂-CH₂]_n-, -[CH₂-CH(CH₃)-O-CH₂-CH(CH₃)]_n-,
-[O-CH₂-CH₂-CH₂-CH₂]_n-, -[(CH₂)₂₋₈-O-CO-C₆-C₁₂-Aryl-CO-O-(CH₂)₂₋₈]_n-,
-[(CH₂)₂₋₈-O-CO-C₆-C₁₂-Alkylen-CO-O-(CH₂)₂₋₈]_n-,
wobei n = 1 bis 200,

Siloxangruppen enthaltende Sequenzen des Typs

30 C₁-C₄-Alkyl C₁-C₄-Alkyl, -(C₁-C₁₈)-Alkyl - O - Si - O-[Si-]₁₋₄ - O -(C₁-C₁₈)-Alkyl -, C₁-
C₄-Alkyl, C₁-C₄-Alkyl

Siloxangruppen enthaltende Polyestersequenzen des Typs

-[(A)_r-O-CO-(B)_s-CO-O-(A)_r]-, bei denen

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

35 C₁-C₄-Alkyl C₁-C₄-Alkyl

B = $-\{(C_6-C_{14})\text{-Arylen-CO-O-}(\{Si-O-[Si-O]_y\text{-CO-}(C_6-C_{14})\text{-Arylen-}\}$
 $C_1-C_4\text{-Alkyl } C_1-C_4\text{-Alkyl}$ oder
 $C_1-C_4\text{-Alkyl } C_1-C_4\text{-Alkyl}$
 $\{O\text{-CO-}(C_2-C_{12})\text{-Alkylen-CO-O-}(\{Si-O-[Si-O]_z\text{-CO-}(C_2-C_{12})\text{-Alkylen-CO-}\}$;
 5 $C_1-C_4\text{-Alkyl } C_1-C_4\text{-Alkyl}$

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

Siloxangruppen enthaltende Polyethersequenzen des Typs

$C_1-C_4\text{-Alkyl } C_1-C_4\text{-Alkyl}$
 $-\text{CH}_2\text{-CHR}_2\text{-O-}(\{Si-O-[Si-O]_y\text{-CHR}_2\text{-CH}_2\text{-}$
 10 $C_1-C_4\text{-Alkyl } C_1-C_4\text{-Alkyl}$
 wobei $R_2 = H$; $C_1-C_4\text{-Alkyl}$ und $y = 3$ bis 50 bedeuten;

Sequenzen auf Basis von Alkylenoxidaddukten des Melamins vom Typ

2-Amino-4,6-di- C_2-C_4 -alkylenamino-1,3,5-triazin – Sequenzen

15

Phenoethersequenzen auf Basis zweiwertiger Phenole und C_2-C_8 -Diolen
 vom Typ

$-C_2-C_8\text{-Alkylen-O-}(C_6-C_{18})\text{-Arylen-O-}(C_2-C_8)\text{-Alkylen-Sequenzen}$

20

bilden,

in den Oligotriazinethern das Molverhältnis der Substituenten $R_3 : R_4 = 20 : 1$ bis $1 : 20$ beträgt,

der Anteil der Verknüpfungen der Triazinsegmente durch Brückenglieder -
 $\text{NH-CHR}_3\text{-O-R}_4\text{-O-CHR}_3\text{-NH-}$ 5 bis 95 Mol% beträgt, enthalten.

25

Unter Triazinen werden in diesem Dokument aromatische Stickstoff-Heterozyklen der Summenformel $C_3H_3N_3$ mit drei Stickstoffatomen im 6-Ring verstanden. Unter Triazinsegmenten werden hier von den Triazinen abgeleitete Teile eines hier
 30 beschreibenden Netzwerkes verstanden.

Die mit Alkoholen verätherten Melamin-Formaldehyd-Harze können neben Melamin und Formaldehyd weitere die Reaktivität der Präpolymeren und die molekulare Struktur der ausgehärteten Polymeren beeinflussende Verbindungen
 35 sowie bis zu 20 Masse% weitere reaktive Polymere vom Typ Ethylen-Copolymere,

Maleinsäureanhydrid-Copolymere, modifizierte Maleinsäureanhydrid-Copolymere, Poly(meth)acrylate, Polyamide, Polyester und/oder Polyurethane und/oder bis zu 20 Masse-% aliphatische Diole vom Typ HO-R-OH sowie bis zu 2 Masse-% Füllstoffe, Farbpigmente, Stabilisatoren, UV-Absorber und/oder Hilfsstoffe
5 enthalten.

Vor ihrer Verarbeitung als Schmelze liegen die reaktiven, dreidimensional vernetzbaren, nichtlinearen Präpolymeren in Form von zylindrischen, linsenförmigen, pastillenförmigen oder kugelförmigen Partikeln mit einem mittleren
10 Durchmesser von 0,5 bis 8 mm vor.

Für ihre Verspinnung werden die reaktiven, dreidimensional vernetzbaren, nichtlinearen Präpolymeren zwischen 70 und 160 °C, insbesondere zwischen 70 °C und 130°C aufgeschmolzen.

15

Der Durchmesser der Düsen, beträgt 0,1 bis 3mm, vorzugsweise 0,5 bis 1mm.

Vorzugsweise befinden sich die Düsen in oder auf den Spitzen von Kegeln und die heiße Luft strömt mit hoher Geschwindigkeit an ihnen entlang. Dadurch ist es
20 möglich, die Temperatur der Blasluft, welche die Schmelzen zu Feinstfasern zerstreut, weit über die Härtungstemperatur des reaktiven, dreidimensional vernetzbaren, nichtlinearen Präpolymeren zu erhöhen, wodurch besonders feintitrige Fasern zugänglich werden, ohne dass es zu einem Zuwachsen der Düsen kommt.

25

Vorteilhaft ist weiter, wenn die Kegel einen Winkel von 10 bis 90° aufweisen.

Bevorzugt ist es, wenn die heiße Luft eine Temperatur von 100 bis 400°C vorzugsweise von 180 bis 300°C besitzt.

30

Die zum Vlies abgelegten Feinstfasern können Filamente sein oder ein Durchmesser/Längenverhältnis von größer 1 zu 50 aufweisen. Sie besitzen einen mittleren Durchmesser von 0,5 bis 100µm, bevorzugt von 1 bis 7µm.

Die Trennung der Feinstfasern vom Luftstrom erfolgt mittels einem in dem Luft-/Feinstfaserstrom eingeschobenen Drahtgitter oder Drahtgeflecht, welches vorteilhaft als Endlosband vorliegt. Dabei bildet sich gleichzeitig das als Wirrlage abgeschiedene unverfestigte Vlies aus.

5

Vorteilhafterweise wird die Luft des Luft-/Feinstfaserstroms unterhalb des Drahtgitters /Drahtgeflechtes abgesaugt, wodurch das sich bildende sehr lockerliegende Feinstfaservlies bereits eine erste Verdichtung erfährt.

- 10 Durch mechanischen Druck oder durch Formgebung kann das unverfestigte Vlies weiter auf ein gewünschtes Maß verdichtet werden.

- Die dreidimensionale Vernetzung erfolgt durch eine Kondensationsreaktion. Die Kondensationsreaktion wird durch beispielsweise gasförmiges HCl und/oder
15 gasförmiges HBr und/oder gasförmige Ameisensäure unverdünnt oder verdünnt mit Luft oder einem anderen inerten Gas beschleunigt (katalysiert).

- Durch die Sorption der katalytisch wirkenden Komponenten kann die dreidimensionale Vernetzung vorteilhafterweise bei Temperaturen unterhalb des
20 Feinstfaserschmelzpunktes ausgelöst werden.

- Die thermische Nachhärtung, bei der die Feinstfasern im Vlies eigenverkleben und/oder aushärten, erfolgt bevorzugt bei Temperaturen von 60 bis 320°C, besonders bevorzugt bei 250 bis 280°C. Vorteilhaft ist es dabei, wenn die
25 Temperatur langsam von 60 auf 280°C, vorzugsweise von 80 auf 280°C erhöht wird.

Beispiel 1

- 30 Ein durch Umsetzung von Melamin mit Formaldehyd und anschließender Veretherung mit Methanol und Poytetrahydrofuran Mn 250 hergestelltes Präpolymer mit einer Viskosität von 53 Pa*s bei 135 °C wird in einem Extruder der Firma Rand Castel bei einer Blocktemperatur von 135 °C aufgeschmolzen und die Schmelze durch eine auf 150 °C erwärmte Düse mit einem Lochdurchmesser von

1 mm gedrückt. Die Düse befindet in der Spitze eines Kegels, der einen Winkel von 20°C aufweist. Die aus der Düse austretende Präpolymerschmelze wird von an dem Düsenkegel entlangströmender heißer Luft (190°C, 0,4 bar) zu Feinstfasern verblasen. Der Aufbau der verwendeten Düse ist in Bild 1 dargestellt.

- 5 Der Blasfaserstrom wird auf ein Drahtsieb gelenkt, unter dem sich eine Absaugung befindet. Die auf dem Drahtsieb abgelegten Feinstfasern bilden ein lockeres Wirrvlies (unverfestigtes Vlies), welches mit einer Walze verdichtet wird. Zur Auslösung der Härtungsreaktion (insbesondere einer Katalysierung) wird durch das Vlies ein Gemisch von 25% HCl und 75% Luft gesaugt. Die Aushärtung
10 des Vlieses erfolgt durch Einwirkung von heißer Luft (Erhöhung der Temperatur). Die Temperatur wird dabei in einem Zeitraum von 30 Minuten von 60 auf 210° C erhöht.

- Die das Vlies bildenden ausgehärteten Feinstfasern haben eine Länge von 1 bis
15 50mm und einen Durchmesser von 4 bis 20µm.

Das erhaltene Vlies hat eine Flächenmasse 34g/qm bei einer Dicke 2 mm. Die Struktur des Vlieses ist in der REM Aufnahme Bild 2 belegt.

- 20 In einer Abwandlung dieser Ausführungsform wird die Temperatur für einen Zeitraum von 30 Minuten von 60 auf 280°C erhöht. Das Vlies verweilt bei 280°C weitere 45 Minuten.

Beispiel 2

25

- Ein durch Umsetzung von Melamin mit Formaldehyd und anschließender Veretherung mit Methanol und Butandiol hergestelltes Präpolymer mit einer Viskosität von 15 Pa*s bei 135 °C wird in einem Extruder der Firma Rand Castel bei einer Blocktemperatur von 145 °C aufgeschmolzen und die Schmelze durch
30 eine auf 150 °C erwärmte Düse mit einem Lochdurchmesser von 1 mm gedrückt. Die Düse befindet auf oder in der Spitze eines Kegels, der einen Winkel von 20°C aufweist. Die aus der Düse austretende Präpolymerschmelze wird von an dem Düsenkegel entlangströmender heißer Luft (280°C, 0,8 bar) zu Feinstfasern verblasen. Der Aufbau der verwendeten Düse ist in Bild 1 dargestellt.

Der Blasfaserstrom wird auf ein laufendes endlos Drahtsieb gelenkt, unter dem sich eine Absaugung befindet. Die auf dem Drahtsieb abgelegten Feinstfasern bilden ein stabiles unverfestigtes Vlies, welches mit einer Walze verdichtet wird.

- 5 Zur Auslösung, insbesondere zur Beschleunigung der Härtingsreaktion wird durch das unverfestigte Vlies ein Gemisch von 75% HCl und 25% Luft gesaugt.

Durch die Erhöhung der Temperatur wird die Kondensationsreaktion gestartet. Durch das bei der Kondensationsreaktion freiwerdende Methanol werden die

- 10 Feinstfasern klebrig. Sie verkleben an den Kreuzungspunkten.

Es entsteht ein durch Verkleben verfestigtes Feinstfaservlies. Die Temperatur wird in einem Zeitraum von 30 Minuten weiter von 80° auf 200°C erhöht.

- 15 In einer alternativen Ausführungsform wird in einem Zeitraum von 30 Minuten weiter von 100°C auf 250°C

Die das erhaltende, insbesondere verfestigte Vlies bildenden ausgehärteten Feinstfasern haben eine Länge von 1 bis 50mm und einen Durchmesser von 1 bis

- 20 7µm. Sie sind wie in REM-Aufnahme Bild 3 dargestellt an ihren Kreuzungspunkten eigenverklebt.

Das erhaltene Vlies hat eine Raumdichte von 9kg/m³

- 25 Beispiel 3

Ein durch Umsetzung von Melamin mit Formaldehyd und anschließender Veretherung mit Methanol und Butandiol hergestelltes Präpolymer mit einer Viskosität von 20 Pa*s bei 130 °C wird in einem Extruder der Firma Rand Castel bei einer Blocktemperatur von 135°C aufgeschmolzen und die Schmelze durch

30 eine auf 150 °C erwärmte Düse mit einem Lochdurchmesser von 0,5 mm gedrückt. Die Düse befindet in der Spitze eine Kegels, der einen Winkel von 20°C aufweist. Die aus der Düse austretende Präpolymerschmelze wird von an dem Düsenkegel entlangströmender heißer Luft (280°C, 0,8 bar) zu Feinstfasern verblasen.

Der Blasfaserstrom wird auf ein laufendes endlos Drahtsieb gelenkt, unter dem sich eine Absaugung befindet. Die auf dem Drahtsieb abgelegten Feinstfasern bilden ein stabiles unverfestigtes Vlies, welches mit einer Walze verdichtet wird. Zur Beschleunigung der Härtingsreaktion wird durch das Vlies ein Gemisch von
5 0.2% HCl und 99.8% Luft gesaugt.

Anschließend wird weitere trockene Luft solange durchgesaugt bis keine HCl mehr nachweisbar ist (Die Bestimmung erfolgt mit feuchtem Indikatorpapier).

Durch Durchströmen des unverfestigten Vlieses mit heißer Luft wird die Temperatur des Vlieses erhöht. Im Temperaturbereich unter dem Schmelzpunkt
10 des Präpolymers wird das Präpolymere wegen des bei der Kondensationsreaktion abgeschiedenen Methanols klebrig und verklebt an den Kreuzungspunkten.

Durch weiteres Durchströmen des Vlieses mit heißer Luft kommt es zur weiteren Erhöhung der Temperatur. Die Temperatur wird dabei in einem Zeitraum von 30
15 Minuten von 80 auf 280°C erhöht. Das bei der Härtung durch die Kondensation freiwerdende Methanol wird zusammen mit Rest-HCl ausgetragen.

Die das Vlies bildenden ausgehärteten Feinstfasern haben eine Länge von 1 bis 50mm und einen Durchmesser von 1 bis 7µm.

Das erhaltene Vlies besitzt einen mit Differential Thermogravimetrie bestimmten
20 Zersetzungspunkt von 390°C.

Das erhaltene Vlies hat eine Raumdichte von 9kg/m³.

Das Vlies wird gegebenenfalls anschließend in einer weiteren Prozessstufe mit Wasser gewaschen (Temperatur des Waschwassers: 30°C). Der mit Differential Thermogravimetrie bestimmte Zersetzungspunkt des Vlieses erhöht sich dadurch
25 auf 400°C.

Bezugszeichenliste Bild 1

Ringkanal
MER-Schmelze
Blasluft
Druckluft
Blasfaserstrom

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von duroplastischen Feinstfaservliesen, dadurch gekennzeichnet, dass
- 5
- a) Schmelzen von reaktiven, dreidimensional vernetzbaren, nichtlinearen Präpolymeren durch Düsen, gepresst,
- b) die austretenden Schmelzen mittels heißer Luft zu Feinstfasern verblasen,
- 10
- c) die Feinstfasern vom Luftstrom getrennt und zu einem aus einem Feinstfasergeflecht bestehenden Vlies abgeschieden werden,
- d) das Vlies anschließend verdichtet,
- 15
- e) mit einem eine dreidimensionale Vernetzung auslösenden Medium behandelt und in einer anschließenden thermischen Nachhärtung die Feinstfasern im Vlies eigenverklebt und/oder ausgehärtet werden.
- 20 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass reaktive, durch eine Kondensationsreaktion dreidimensional vernetzbare, nichtlineare Präpolymere durch Düsen, die sich in der Spitze von Kegeln befinden, gepresst werden.
- 25 3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass die austretende Schmelze durch die mit hoher Geschwindigkeit an den Spitzen der Düsenkegel entlang strömende heiße Luft, deren Temperatur über der Starttemperatur der Kondensationsreaktion liegt, direkt am Düsenausgang zu Feinstfasern verblasen wird.
- 30 4. Verfahren nach Anspruch 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Feinstfasern vom Luftstrom getrennt und als unverfestigtes Vlies (Wirrlage) abgeschieden werden.

5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass das unverfestigte Vlies anschließend verdichtet wird.

6. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 4 oder 5, dadurch
5 gekennzeichnet, dass das unverfestigte Vlies von Luft, die eine die Vernetzung katalysierende Komponente enthält, bei Temperaturen unterhalb des Schmelzpunktes des Präpolymeren durchströmt wird.

7. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 4 bis 6, dadurch
10 gekennzeichnet, dass das unverfestigte Vlies anschließend von einem inerten Medium durchströmt wird und dabei die katalysierende Komponente aus den Räumen zwischen den Fasern vollständig entfernt oder gegebenenfalls mit einem basischen Gas neutralisiert wird.

15 8. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 4 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass durch Erhöhung der Temperatur das unverfestigte Vlies zu einem verfestigten Vlies eigenverklebt und/oder ausgehärtet wird.

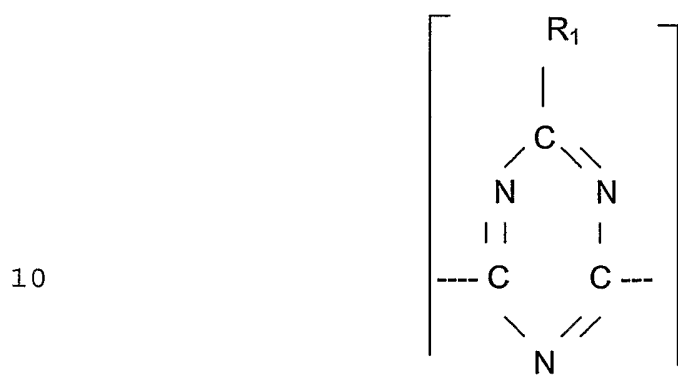
9. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass das Vlies mit
20 heißer Luft durchströmt und dabei stufenweise oder kontinuierlich weiter erwärmt wird.

10. Verfahren nach Anspruch 8 oder 9, dadurch gekennzeichnet, dass Vlies bei hohen Temperaturen verweilt.

25

11. Verfahren nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die reaktiven vernetzbaren, nichtlinearen, Präpolymeren aus mit Alkoholen verätherten Melamin-Formaldehyd-Harzen bestehen

12. Verfahren nach Anspruch 11 dadurch gekennzeichnet, dass die mit
Alkoholen verätherten Melamin-Formaldehyd-Harze aus schmelzbaren 4- bis
18-Kern-Oligotriazinethern bestehen, wobei in den Oligotriazinethern die
5 Triazinsegmente



$R_1 = -NH_2, -NH-CHR_2-O-R_3, -NH-CHR_2-O-R_4-OH, -CH_3, -C_3H_7, -C_6H_5, -OH,$
Phthalimido-.

15 Succinimido-, $-NH-CO-C_5-C_{18}-Alkyl,$ $-NH-C_5-C_{18}-Alkylen-OH$
 $-NH-CHR_2-O-(CH_2)_{5-18}-N$

$\begin{array}{l} \diagup CO-CHR_2 \\ | \\ \diagdown CO-CHR_2 \end{array}$

 $-NH-CHR_2-O-C_5-C_{18}-Alkylen-NH_2,$
 $-NH-C_5-C_{18}-Alkylen-NH_2,$

20 $-NH-CHR_2-O-R_4-O-CHR_2-NH-, -NH-CHR_2-NH-, -NH-CHR_2-O-C_5-C_{18}-$
 $Alkylen-NH-,$
 $-NH-C_5-C_{18}-Alkylen-NH-, -NH-CHR_2-O-CHR_2-NH-,$

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

25

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

$R_4 = C_2-C_{18}-Alkylen, -[CH_2-CH_2-O-CH_2-CH_2]_n-, -[CH_2-CH(CH_3)-O-CH_2-CH(CH_3)]_n-,$
 $-[O-CH_2-CH_2-CH_2-CH_2]_n-,$

30 $-[(CH_2)_{2-8}-O-CO-C_6-C_{12}Aryl-CO-O-(CH_2)_{2-8}]_n-,$
 $-[(CH_2)_{2-8}-O-CO-C_6-C_{12}Alkylen-CO-O-(CH_2)_{2-8}]_n-,$
wobei $n = 1$ bis 200,

Siloxangruppen enthaltende Sequenzen des Typs

$C_1-C_4-Alkyl$ $C_1-C_4-Alkyl, -(C_1-C_{18})-Alkyl - O - Si - O - [Si -]_{1-4} - O - (C_1-C_{18})-Alkyl -, C_1-$

35 $C_4-Alkyl, C_1-C_4-Alkyl$

Siloxangruppen enthaltende Polyestersequenzen des Typs

$-\{(\text{A})_r-\text{O}-\text{CO}-(\text{B})_s-\text{CO}-\text{O}-(\text{A})_r\}-$, bei denen

A = $\{(\text{CH}_2)_{2-8}-\text{O}-\text{CO}-(\text{C}_6-\text{C}_{14})\text{-Arylen}-\text{CO}-\text{O}-(\text{CH}_2)_{2-8}\}$ oder

$-\{(\text{CH}_2)_{2-8}-\text{O}-\text{CO}-(\text{C}_2-\text{C}_{12})\text{-Alkylen}-\text{CO}-\text{O}-(\text{CH}_2)_{2-8}\}$;

C₁-C₄-Alkyl C₁-C₄-Alkyl

B = $-\{(\text{C}_6-\text{C}_{14})\text{-Arylen}-\text{CO}-\text{O}-\{(\text{Si}-\text{O}-[\text{Si}-\text{O}]_y-\text{CO}-(\text{C}_6-\text{C}_{14})\text{-Arylen}-\}$

C₁-C₄-Alkyl C₁-C₄-Alkyl oder

C₁-C₄-Alkyl C₁-C₄-Alkyl

$|\text{O}-\text{CO}-(\text{C}_2-\text{C}_{12})\text{-Alkylen}-\text{CO}-\text{O}-\{(\text{Si}-\text{O}-[\text{Si}-\text{O}]_2-\text{CO}-(\text{C}_2-\text{C}_{12})\text{-Alkylen}-\text{CO}-\}$;

C₁-C₄-Alkyl C₁-C₄-Alkyl

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

Siloxangruppen enthaltende Polyethersequenzen des Typs

C₁-C₄-Alkyl C₁-C₄-Alkyl

$-\text{CH}_2-\text{CHR}_2-\text{O}-\{(\text{Si}-\text{O}-[\text{Si}-\text{O}]_y-\text{CHR}_2-\text{CH}_2-$

C₁-C₄-Alkyl C₁-C₄-Alkyl

wobei R₂ = H; C₁-C₄-Alkyl und y = 3 bis 50 bedeuten;

Sequenzen auf Basis von Alkylenoxidaddukten des Melamins vom Typ

2-Amino-4,6-di-C₂-C₄-alkylenamino-1,3,5-triazin – Sequenzen

Phenolethersequenzen auf Basis zweiwertiger Phenole und C₂-C₈-Diolen

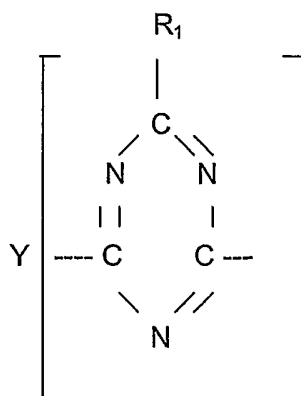
vom Typ

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

durch Brückenglieder $-\text{NH}-\text{CHR}_2-\text{O}-\text{R}_4-\text{O}-\text{CHR}_2-\text{NH}-$ und $-\text{NH}-\text{CHR}_2-\text{NH}-$ sowie
gegebenenfalls $-\text{NH}-\text{CHR}_2-\text{O}-\text{CHR}_2-\text{NH}-$, $-\text{NH}-\text{CHR}_2-\text{O}-\text{C}_5-\text{C}_{18}\text{-Alkylen}-\text{NH}-$ bzw. $-\text{NH}-\text{C}_5-\text{C}_{18}\text{-Alkylen}-\text{NH}-$ zu 4- bis 18-Kern-Oligotriazinethern mit linearer und/oder

verzweigter Struktur verknüpft sind,

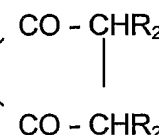
wobei die endständigen Trizinsegmente in den Oligotriazinethern
Triazinsegmente der Struktur



Y = -NH-CHR₂-O-R₃, -NH-CHR₂-O-R₄-OH sowie gegebenenfalls -NH-CHR₂-O-C₅-C₁₈-Alkylen-NH₂,
 -NH-C₅-C₁₈-Alkylen-NH₂, -NH-C₅-C₁₈-Alkylen-OH,

5 R₁ = -NH₂, -NH-CHR₂-O-R₃, -NH-CHR₂-O-R₄-OH, -CH₃, -C₃H₇, -C₆H₅, -OH, Phthalimido-.

Succinimido-, -NH-CO-R₃, -NH-C₅-C₁₈-Alkylen-OH, -NH-C₅-C₁₈-Alkylen-NH₂,

-NH-CHR₂-O-(CH₂)₅₋₁₈-N  -NH-CHR₂-O-C₅-C₁₈-Alkylen-NH₂,
 10 CO-CHR₂,

R₂ = H, C₁-C₇ - Alkyl;

R₃ = C₁-C₁₈ - Alkyl, H;

15 R₄ = C₂-C₁₈-Alkylen, -[CH₂-CH₂-O-CH₂-CH₂]_n-, -[CH₂-CH(CH₃)-O-CH₂-CH(CH₃)]_n-,
 -[O-CH₂-CH₂-CH₂-CH₂]_n-, -[(CH₂)₂₋₈-O-CO-C₆-C₁₂-Aryl-CO-O-(CH₂)₂₋₈]_n-,
 -[(CH₂)₂₋₈-O-CO-C₆-C₁₂-Alkylen-CO-O-(CH₂)₂₋₈]_n-,
 wobei n = 1 bis 200,

Siloxangruppen enthaltende Sequenzen des Typs

20 C₁-C₄-Alkyl C₁-C₄-Alkyl, -(C₁-C₁₈)-Alkyl - O - Si - O-[Si-]₁₋₄ - O -(C₁-C₁₈)-Alkyl -, C₁-C₄-Alkyl, C₁-C₄-Alkyl

Siloxangruppen enthaltende Polyestersequenzen des Typs

-[(A)_r-O-CO-(B)_s-CO-O-(A)]_n-, bei denen

25 A = {(CH₂)₂₋₈-O-CO-(C₆-C₁₄)-Arylen-CO-O-(CH₂)₂₋₈-} oder
 -{(CH₂)₂₋₈-O-CO-(C₂-C₁₂)-Alkylen-CO-O-(CH₂)₂₋₈-};
 C₁-C₄-Alkyl C₁-C₄-Alkyl

B = -{(C₆-C₁₄)-Arylen-CO-O-({Si -O-[Si-O]_y-CO-(C₆-C₁₄)-Arylen-}
 C₁-C₄-Alkyl C₁-C₄-Alkyl oder
 C₁-C₄-Alkyl C₁-C₄-Alkyl
 {O-CO-(C₂-C₁₂)-Alkylen-CO-O-({Si -O-[Si-O]_z-CO-(C₂-C₁₂)-Alkylen-CO-});
 30 C₁-C₄-Alkyl C₁-C₄-Alkyl

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

Siloxangruppen enthaltende Polyethersequenzen des Typs

35 C₁-C₄-Alkyl C₁-C₄-Alkyl
 -CH₂-CHR₂-O-({Si -O-[Si-O]_y-CHR₂-CH₂-
 C₁-C₄-Alkyl C₁-C₄-Alkyl

wobei R₂ = H; C₁-C₄-Alkyl und y = 3 bis 50 bedeuten;

Sequenzen auf Basis von Alkylenoxidaddukten des Melamins vom Typ
2-Amino-4,6-di- C_{2-C4} -alkylenamino-1,3,5-triazin – Sequenzen

Phenolethersequenzen auf Basis zweiwertiger Phenole und C_2-C_8 -Diolen
vom Typ
- C_2-C_8 -Alkylen-O-(C_6-C_{18})-Arylen-O-(C_2-C_8)-Alkylen-Sequenzen

bilden,

in den Oligotriazinethern das Molverhältnis der Substituenten $R_3 : R_4 = 20 :$

1 bis 1 : 20 beträgt,

der Anteil der Verknüpfungen der Triazinsegmente durch Brückenglieder -

$NH-CHR_3-O-R_4-O-CHR_3-NH-$ 5 bis 95 Mol% beträgt,

enthalten.

13. Verfahren nach Anspruch 11 oder 12, dadurch gekennzeichnet, dass die
mit Alkoholen verätherten Melamin-Formaldehyd-Harze weitere die Reaktivität
der Präpolymeren und die molekulare Struktur der ausgehärteten Polymeren
beeinflussende Verbindungen enthalten.

14. Verfahren nach mindestens einem der vorher genannten Ansprüche,
dadurch gekennzeichnet, dass die reaktiven dreidimensional vernetzbaren,
nichtlinearen Präpolymeren bis zu 20 Masse% weitere reaktive Polymere vom
Typ Ethylen-Copolymere, Maleinsäureanhydrid-Copolymere, modifizierte
Maleinsäureanhydrid-Copolymere, Poly(meth)acrylate, Polyamide, Polyester
und/oder Polyurethane enthalten.

15. Verfahren nach mindestens einem der vorher genannten Ansprüche,
dadurch gekennzeichnet, dass die reaktiven dreidimensional vernetzbaren,
nichtlinearen Präpolymeren bis zu 20 Masse-% aliphatische Dirole vom Typ
 $HO-R-OH$ sowie bis zu 2 Masse-% Füllstoffe, Farbpigmente, Stabilisatoren,
UV-Absorber und/oder Hilfsstoffe enthalten. 8. erfahrung nach mindestens einem
der vorher genannten Ansprüche dadurch gekennzeichnet, dass die reaktiven
dreidimensional vernetzbaren, nichtlinearen Präpolymeren vor ihrer

Verarbeitung in Form von zylindrischen, linsenförmigen, pastillenförmigen oder kugelförmigen Partikeln mit einem mittleren Durchmesser von 0,5 bis 8 mm vorliegen.

- 5 16. Verfahren nach mindestens einem der vorher genannten Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die reaktiven, dreidimensional vernetzbaren, nichtlinearen Präpolymeren für ihre Verspinnung bei etwa 70 °C bis 130°C geschmolzen werden.
- 10 17. Verfahren nach mindestens einem der vorher genannten Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Düsen einen Durchmesser von 0,1 bis 3 mm aufweisen.
- 15 18. Verfahren nach Anspruch 17, dadurch gekennzeichnet, dass die Düsen einen Durchmesser von 0,5 bis 1 mm aufweisen.
- 20 19. Verfahren nach mindestens einem der vorher genannten Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass sich die Düsen auf und / oder in den Spitzen von Kegeln befinden und die heiße Luft mit hoher Geschwindigkeit an den Düsenkegeln entlang strömt.
- 25 20. Verfahren nach Anspruch 19, dadurch gekennzeichnet, dass die Kegel einen Winkel von 10 bis 90° aufweisen.
- 30 21. Verfahren nach mindestens einem der vorher genannten Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die heiße Luft, insbesondere die an den Spitzen der Düsenkegel mit hoher Geschwindigkeit entlang strömende heiße Luft eine Temperatur von 150°C bis 400°C aufweist
22. Verfahren nach Anspruch 21, dadurch gekennzeichnet, dass die heiße Luft, insbesondere die an den Spitzen der Düsenkegel mit hoher Geschwindigkeit entlang strömende heiße Luft eine Temperatur von 180 bis 300°C aufweist.

23. Verfahren nach mindestens einem der vorher genannten Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die entstandenen Fasern, insbesondere Feinstfasern Filamente sind oder ein Durchmesser/Längenverhältnis von größer 1 zu 50 aufweisen.

24. Verfahren nach mindestens einem der vorher genannten Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Feinstfasern einen mittleren Durchmesser von 0,5 bis 100 μm aufweisen.

25. Verfahren nach Anspruch 24, dadurch gekennzeichnet, dass die Feinstfasern einen mittleren Durchmesser von 1 bis 7 μm besitzen.

26. Verfahren nach mindestens einem der vorher genannten Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Fasern eine ungeordnete, kleinteilige Kräuselstruktur aufweisen.

27. Verfahren nach mindestens einem der vorher genannten Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Trennung der Feinstfasern vom Luftstrom mit einem in den Luft-/Feinstfaserstrom eingeschobenen Drahtgitter oder Drahtgeflecht erfolgt und sich dabei gleichzeitig ein unverfestigtes Vlies ausbildet.

28. Verfahren nach Anspruch 27, dadurch gekennzeichnet, dass das Drahtgitter oder Drahtgeflecht als endloses Band vorliegt.

29. Verfahren nach Anspruch 27 oder 28, dadurch gekennzeichnet, dass die Luft des Luft-/Feinstfaserstroms unterhalb des Drahtgitters oder /Drahtgeflechtes abgesaugt wird.

30. Verfahren nach mindestens einem der vorher genannten Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Verdichtung bis auf die gewünschte Vliesdichte durch mechanischen Druck oder durch Formgebung erfolgt.

31. Verfahren nach mindestens einem der vorher genannten Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass eine dreidimensionale Vernetzung bei Temperaturen unterhalb des Feinstfaserschmelzpunktes ausgelöst wird oder beginnt.

5

32. Verfahren nach mindestens einem der vorher genannten Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die dreidimensionale Vernetzung auslösende, insbesondere die Kondensationsreaktion katalysierende Komponente gasförmiges HCl und/oder gasförmiges HBr und/oder Ameisensäure unverdünnt oder verdünnt mit Luft oder einem anderen inerten Gas ist.

10

33. Verfahren nach mindestens einem der vorher genannten Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Selbstverklebung der Feinstfasern, in denen die katalysierenden Komponenten entsprechend Anspruch 32 sorbiert sind, im Temperaturbereich zwischen 100 und 120°C erfolgt.

15

34. Verfahren nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die thermische Nachbehandlung des Vlieses durch stufenweises oder kontinuierliches Erwärmen mit heißer Luft erfolgt. Gleichzeitig wird das frei werdende Methanol zusammen mit abgespaltenen HCl und/oder HBr ausgetragen.

20

35. Verfahren nach Anspruch 34, dadurch gekennzeichnet, dass die thermische Nachbehandlung des Vlieses im Temperaturbereich von 200°C bis 320°C, vorzugsweise im Temperaturbereich von 250°C bis 280°C erfolgt und die Nachbehandlungszeit zwischen 15 min und 120 min, vorzugsweise zwischen 20 min und 60 min liegt.

25

36. Verfahren nach Anspruch 35, dadurch gekennzeichnet, dass das Vlies nach der Nachbehandlung mit Wasser gewaschen wird.

30

Bild 1

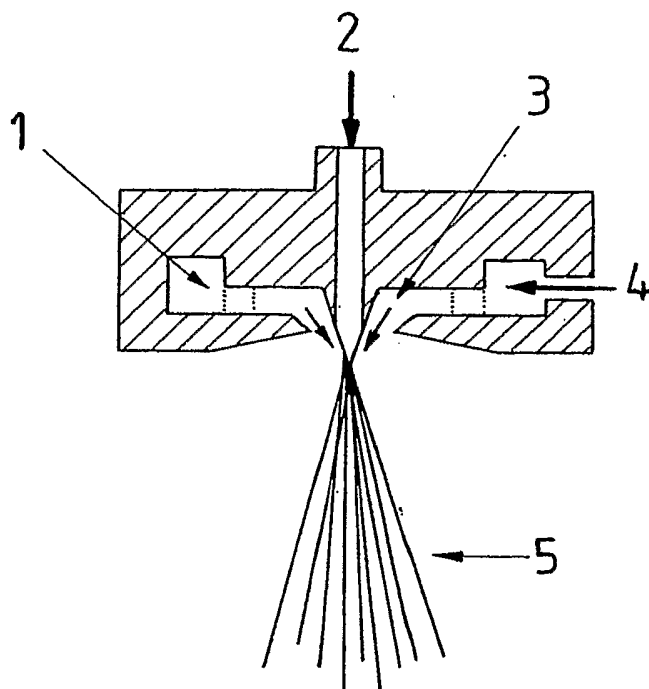


Bild 2



BERICHTIGTES BLATT (REGEL 91)
ISA/EP

2/2

Bild 3



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/EP2006/002597

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

INV. D04H3/03 D01F6/76 C08G12/32

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

D04H D01F C08G C08L

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	EP 1 403 405 A (AMI AGROLINZ MELAMINE INTERNATIONAL GMBH) 31 March 2004 (2004-03-31) cited in the application paragraphs [0060] - [0067]	1-36
Y	WO 03/106524 A (AGROLINZ MELAMIN GMBH; RAETZSCH, MANFRED; BUCKA, HARTMUT; BURGER, MART) 24 December 2003 (2003-12-24) page 17, line 27 - page 18, line 1 page 20, lines 5-14	1-36
A	WO 99/32694 A (KIMBERLY-CLARK WORLDWIDE, INC) 1 July 1999 (1999-07-01) page 4, lines 15-27 page 10, lines 11-14 ----- -/--	1-6, 14



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

A document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

E earlier document but published on or after the international filing date

L document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

O document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

P document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

T later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

X document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

Y document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

& document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

29 May 2006

Date of mailing of the international search report

06/06/2006

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Barathe, R

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2006/002597

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 5 509 986 A (MCCULLOUGH, JR. ET AL) 23 April 1996 (1996-04-23) figure 1 column 7, lines 18-40 examples	1
A	WO 03/047721 A (FLEETGUARD, INC) 12 June 2003 (2003-06-12) figures 1,2 page 6, lines 20-22	1-36

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2006/002597

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 1403405	A	31-03-2004	DE 10246472 A1	08-04-2004
WO 03106524	A	24-12-2003	AT 411685 B	26-04-2004
			AT 9042002 A	15-09-2003
			AU 2003242684 A1	31-12-2003
			CA 2489380 A1	24-12-2003
			CN 1662571 A	31-08-2005
			EP 1519972 A1	06-04-2005
			JP 2005534730 T	17-11-2005
			US 2005250896 A1	10-11-2005
WO 9932694	A	01-07-1999	AU 2016799 A	12-07-1999
			BR 9814324 A	25-09-2001
			DE 19882922 T0	29-03-2001
			GB 2348167 A	27-09-2000
			US 6368533 B1	09-04-2002
US 5509986	A	23-04-1996	AU 3098795 A	14-03-1996
			WO 9606146 A1	29-02-1996
			US 5582908 A	10-12-1996
WO 03047721	A	12-06-2003	AU 2002357774 A1	17-06-2003
			DE 10297497 T5	18-11-2004
			GB 2396829 A	07-07-2004

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2006/002597

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
 INV. D04H3/03 D01F6/76 C08G12/32

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC

B. RESEARCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
 D04H D01F C08G C08L

Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
Y	EP 1 403 405 A (AMI AGROLINZ MELAMINE INTERNATIONAL GMBH) 31. März 2004 (2004-03-31) in der Anmeldung erwähnt Absätze [0060] - [0067] -----	1-36
Y	WO 03/106524 A (AGROLINZ MELAMIN GMBH; RAETZSCH, MANFRED; BUCKA, HARTMUT; BURGER, MART) 24. Dezember 2003 (2003-12-24) Seite 17, Zeile 27 - Seite 18, Zeile 1 Seite 20, Zeilen 5-14 -----	1-36
A	WO 99/32694 A (KIMBERLY-CLARK WORLDWIDE, INC) 1. Juli 1999 (1999-07-01) Seite 4, Zeilen 15-27 Seite 10, Zeilen 11-14 ----- -/--	1-6, 14



Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen



Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

E älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

L Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

O Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

P Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

Z Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

29. Mai 2006

Absenddatum des internationalen Recherchenberichts

06/06/2006

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde
 Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
 NL - 2280 HV Rijswijk
 Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
 Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Barathe, R

C. (Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	US 5 509 986 A (MCCULLOUGH, JR. ET AL) 23. April 1996 (1996-04-23) Abbildung 1 Spalte 7, Zeilen 18-40 Beispiele -----	1
A	WO 03/047721 A (FLEETGUARD, INC) 12. Juni 2003 (2003-06-12) Abbildungen 1,2 Seite 6, Zeilen 20-22 -----	1-36

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2006/002597

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
EP 1403405	A	31-03-2004	DE	10246472 A1	08-04-2004
WO 03106524	A	24-12-2003	AT	411685 B	26-04-2004
			AT	9042002 A	15-09-2003
			AU	2003242684 A1	31-12-2003
			CA	2489380 A1	24-12-2003
			CN	1662571 A	31-08-2005
			EP	1519972 A1	06-04-2005
			JP	2005534730 T	17-11-2005
			US	2005250896 A1	10-11-2005
WO 9932694	A	01-07-1999	AU	2016799 A	12-07-1999
			BR	9814324 A	25-09-2001
			DE	19882922 T0	29-03-2001
			GB	2348167 A	27-09-2000
			US	6368533 B1	09-04-2002
US 5509986	A	23-04-1996	AU	3098795 A	14-03-1996
			WO	9606146 A1	29-02-1996
			US	5582908 A	10-12-1996
WO 03047721	A	12-06-2003	AU	2002357774 A1	17-06-2003
			DE	10297497 T5	18-11-2004
			GB	2396829 A	07-07-2004