

⑫

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

④⑤ Veröffentlichungstag der Patentschrift:
10.06.81

⑤① Int. Cl.³: **D 01 F 6/12, D 01 D 5/088,**
D 01 D 4/02

②① Anmeldenummer: **79101882.3**

②② Anmeldetag: **11.06.79**

⑤④ **Verfahren und Vorrichtung zum Herstellen von Monofilen aus Polyvinylidenfluorid.**

③③ Priorität: **30.08.78 DE 2837751**

④③ Veröffentlichungstag der Anmeldung:
19.03.80 Patentblatt 80/6

④⑤ Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
10.06.81 Patentblatt 81/23

⑧④ Benannte Vertragsstaaten:
BE CH DE FR GB SE

⑤⑥ Entgegenhaltungen:
DE-B-1 256 838
FR-A-2 232 621
US-A-3 002 804
US-A-3 221 088

⑦③ Patentinhaber: **DYNAMIT NOBEL**
AKTIENGESELLSCHAFT, Patentabteilung Postfach 1209,
D-5210 Troisdorf, Bez. Köln (DE)

⑦② Erfinder: **Lang, Egon, Lindlastrasse 4, D-5210 Troisdorf**
(DE)
Erfinder: **Nachtigall, Wilhelm, Cranachstrasse 2,**
D-5210 Troisdorf (DE)
Erfinder: **Stark, Joachim, Dr.,**
Hermann-Ehlers-Strasse 28, D-5210 Troisdorf (DE)

EP 0 008 612 B1

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents im Europäischen Patentblatt kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

Verfahren und Vorrichtung zum Herstellen von Monofilen aus Polyvinylidenfluorid

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zum Herstellen von Monofilen aus Polyvinylidenfluorid, wobei das Polyvinylidenfluorid, nachfolgend stets PVDF genannt, mit einem Extruder plastifiziert und in einem Extrusionswerkzeug zu Monofilen geformt wird mit nachfolgender Abkühlung in einem Flüssigkeitsbad. Die zugehörige Vorrichtung umfaßt einen Extruder mit einem als Mehrlochkopf ausgebildeten Extrusionswerkzeug, bei dem die Düse mit auf einem Kreisring angeordneten Düsenaustrittsöffnungen ausgebildet ist, und einen flüssigkeitsgekühlten Kühltank mit einer Umlenkwalze und einer Abzugsvorrichtung.

Bekannte Anlagen zum Extrudieren von Kunststoffäden sind beispielsweise in dem Buch von Dr. Ing. Schenkel, Kunststoff-Extrudertechnik, Carl Hanser Verlag München (1963) auf den Seiten 438 bis 444 beschrieben. Bei der Herstellung der Monofile ist auf die Erzielung einer glatten Oberfläche, eine gute Verstreckbarkeit und möglichst geringe Durchmesserabweichungen, d. h. einen möglichst hohen Rundheitsgrad bei mit Kreisverschnitten auszubildenden Monofilen zu achten. Diese Anforderungen an Monofile aus PVDF konnten mit den bekannten Anlagen zum Extrudieren von Monofilen aus Polyäthylen, Polypropylen, Polyamiden, Polystyrol und Polyvinylchlorid nicht erfüllt werden. PVDF ist ein teilkristalliner thermoplastischer Kunststoff, dessen Kristallinitätsgrad im wesentlichen von der thermischen Vorbehandlungsgeschichte abhängt. Durch schnelles Abkühlen nach der Verarbeitung wird ein weitgehend amorphes Material von hoher Transparenz und guter Flexibilität erzielt, während ein langsames Abkühlen insbesondere im Temperaturbereich der größten Rekristallisationsgeschwindigkeit, die für PVDF bei 130 bis 140°C etwa liegt, zu hochkristallinem Material führt, das zwar weniger durchsichtig ist, dafür aber bei höherer Dichte einen größeren Zug- und Biegemodul besitzt und eine verbesserte Druckstandfestigkeit aufweist. Da die Monofile eine möglichst hohe Formstabilität einerseits und zum anderen eine gute Verstreckbarkeit aufweisen sollen, ist ein hoher Kristallinitätsgrad erwünscht.

Die bei der Abkühlung von Polystyrolmonofilen bewährte Luftkühlung bei 110 bis 120°C erwies sich für die Abkühlung von PVDF-Monofilien als nicht ausreichend, da die Monofile durch ihr Eigengewicht sehr dünn gezogen wurden, was zu erheblichen Durchmesserschwankungen und Abweichungen von der gewünschten Querschnittsform führte; darüber hinaus laufen die Monofile bei der bei der Luftkühlung erforderlichen erheblich langen Kühlstrecke sehr unruhig. Aber auch der Einsatz einer Wasserkühlung zum Verfestigen von PVDF-Monofilien bringt noch nicht den gewünschten Erfolg, da bei Wasserkühlung die Monofile zu schnell abgekühlt

werden und damit den optimalen Rekristallisationsbereich zu schnell durchlaufen und damit einen zu geringen Kristallisationsgrad und eine entsprechend geringe Formfestigkeit aufweisen. Diese mangelnde Formfestigkeit führt beispielsweise bei der nachfolgenden Umlenkung und Weiterführung der Monofile zu unerwünschten Verformungen des Querschnittes.

Ein weiteres Problem bei der Monofileextrusion besteht in der mit möglichst geringen Toleranzen gefertigten Monofilien und gleichbleibenden Monofilquerschnitten. Dieser Forderung ist nicht nur während der Abkühlungsphase der extrudierten Monofile zu erfüllen, sondern auch bereits während der Extrusion. Dies bedeutet, daß gleiche Fließweglängen der einzelnen Düsen, gleiche Fließgeschwindigkeiten und ein gleichmäßiges Temperaturfeld für alle Monofile erforderlich sind. Dennoch stellt sich zusätzlich das Problem, daß die frisch extrudierten Monofile keine ausreichend glatte Oberfläche aufweisen.

Die eingangs genannten Anforderungen an PVDF-Monofile werden erfindungsgemäß durch ein Verfahren erfüllt, bei dem die in dem Extrusionswerkzeug geformten Monofile auf der letzten Wegstrecke vor dem Verlassen des Extrusionswerkzeuges mit einer um 10 bis 30°C, vorzugsweise 15 bis 25°C höheren Temperatur als die vorangehende Extrusionstemperatur beaufschlagt werden und nach dem Verlassen des Extrusionswerkzeuges gegebenenfalls unter Zwischenschaltung einer kurzen Luftkühlstrecke in einem Kühlmedium mit einer Wärmeleitfähigkeit unter 0,40 W/m K, vorzugsweise unter 0,3 W/m K, einer Viskosität des Kühlmediums bei 100°C über 0,5 cPas, vorzugsweise über 1,4 cPas und einer Dichte des Kühlmediums bei 100°C über 1,1 g/cm³, vorzugsweise über 1,2 g/cm³ bei einer Temperatur von 60 bis 140°C, vorzugsweise 90 bis 110°C abgekühlt werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren ermöglicht die Herstellung von PVDF-Monofilien mit glatter Oberfläche, guter Verstreckbarkeit, sehr guter Rundheit und kleinen Abweichungen des Durchmessers unter 2%, vorzugsweise unter 1% bei einem Durchmesser der abgekühlten und noch nicht verstreckten Monofile zwischen 0,2 und 1,1 mm.

Mit der zusätzlichen Aufheizung der zu extrudierenden Monofile beim Austritt aus dem Extrusionswerkzeug wird ein zusätzlicher Glättungseffekt der Oberfläche der Monofile bewirkt. Eine hohe Kristallinität und Formfestigkeit der extrudierten Profile bei gleichzeitig geringen Abweichungen von den vorgegebenen Durchmessern wird durch die Wahl eines Kühlmediums mit einer gegenüber Wasser schlechteren Wärmeleitfähigkeit und höheren Viskosität erreicht. Die geringe Wärmeleitfähigkeit des Kühlmediums führt zu einer langsameren Abkühlung der PVDF-Monofile und damit zu einer Verlängerung des Zeitraumes, während dessen die PVDF-

Monofile den Temperaturbereich der größten Rekristallisationsgeschwindigkeit im Bereich von ca. 130 bis 140°C durchlaufen. Die mit dem höheren Kristallinitätsgrad und der damit stärkeren Orientierung ausgebildeten PVDF-Monofile weisen eine höhere Zug- und Biegefestigkeit und erhöhte Formfestigkeit, so daß erstens bei der Umlenkung der Monofile im Kühlbad keine Verformung der Monofilquerschnitte mehr eintritt und sie sich später sehr gut verstrecken lassen. Maßhaltigkeit und Formtreue der PVDF-Monofile sind durch das erfindungsgemäße Verfahren gegeben.

Ist die Verweilzeit der PVDF-Monofile im Bereich der optimalen Rekristallinitätstemperatur zu kurz, wie beispielsweise bei Luft- und Wasserkühlung, so muß die Zeit zum Erreichen der erforderlichen Formfestigkeit, um die Monofile später über Umlenkwalzen führen zu können, ohne sie zu verformen, entsprechend lang in dem gewählten Kühlmedium sein. Je länger aber die Eintauchtiefe bzw. die Durchlaufzeit in dem Kühlmedium gewählt ist, desto unruhiger ist die Führung der Monofile. Um möglichst maßgenaue Monofile zu erhalten, ist jedoch ein vollkommen ruhiger Lauf auch beim Durchlaufen des Kühlmediums erforderlich. Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren wird die Eintauchtiefe für die Monofile zwischen 200 bis 2000 mm, vorzugsweise zwischen 500 bis 1000 mm gewählt. Hierbei ist mit der Eintauchtiefe die Strecke vom Einlaufen in das Kühlmedium bis zum Umlenken, gemeint. Bevorzugt wird erfindungsgemäß als Kühlmedium Glycerin verwendet. Da nach dem Verlassen des Kühlbades in der Regel Kühlmedium, wie beispielsweise Glycerin, an den Monofilen anhaftet, ist es zweckmäßig, die abgekühlten Monofile von dem anhaftenden Kühlmedium zu reinigen, beispielsweise mechanisch mittels Walzen und Schwämmen und mit einem daran sich anschließenden Wasserbad.

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren ist es auch möglich, die Monofile zwischen dem Austritt aus dem Extrusionswerkzeug und dem Kühlmedium eine Luftstrecke, in der Regel nur eine kurze zwischen 10 und 250 mm, vorzugsweise zwischen 50 bis 100 mm durchlaufen zu lassen, ehe sie in das eigentliche Kühlmedium eintauchen.

Die zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens konzipierte Vorrichtung zeichnet sich dadurch aus, daß die Düse mit den Düsenaustrittsöffnungen von dem Extrusionswerkzeug thermisch isoliert und mit einer dem Kreisring der Düsenaustrittsöffnungen außen und innen umgebenden regelbaren Heizeinrichtung versehen ist und der Kühltank mit einem gemäß dem Verfahrensanspruch 1 spezifizierten Kühlmedium gefüllt und bei einer regelbaren Temperatur von 60 bis 140°C, vorzugsweise 90 bis 110°C gehalten ist. Durch die erfindungsgemäß für die Vorrichtung im Austrittsbereich der Düsen innen- und außenseitig der Düsenaustrittsöffnungen vorgesehenen Heizeinrichtung wird mit

Sicherheit eine ungleiche Schmelztemperierung ausgeschlossen. Eine unsymmetrische Schmelze und damit Monofilerwärmung führt nämlich zu Monofilverformungen und damit zu ungleichmäßigen Querschnitten. Die höhere Beheizung des Düsenaustrittsbereiches bewirkt eine zusätzliche Glättung der Oberfläche der Monofile. Um jedoch einen Wärmeabfluß von dem höher geheizten Düsenaustrittsbereich in das übrige Extrusionswerkzeug zu verhindern bzw. zu verringern, ist die thermische Isolierung vorgesehen. Die thermische Isolierung des Düsenaustrittsbereiches von dem übrigen Extrusionswerkzeug kann beispielsweise in der Weise vorgenommen sein, daß die Düse über einen Stegtring mit dem Extrusionswerkzeug verbunden ist, wobei im Bereich des Stegtrings die einzelnen Düsenbohrungen für die Monofile verlaufen. Um den erhöhten Anforderungen bezüglich der Genauigkeit und Gleichmäßigkeit der PVDF-Monofile gerecht zu werden, wird auch in Weiterbildung der Erfindung vorgeschlagen, daß Extrusionswerkzeug außen und innen mit Heizeinrichtungen auszustatten.

Die Erfindung wird in der Zeichnung an Ausführungsbeispielen näher erläutert. Es zeigen

Fig. 1 und 2 einen schematischen Querschnitt durch eine Anlage zum Herstellen von PVDF-Monofilen,

Fig. 3 einen Querschnitt durch ein Extrusionswerkzeug,

Fig. 4 eine Aufsicht auf das Extrusionswerkzeug nach Fig. 3 und

Fig. 5 eine grafische Darstellung der Abweichung des Monofildurchmessers bei unterschiedlichen Kühlmedien.

In der Fig. 1 ist schematisch eine Anlage zum Herstellen von PVDF-Monofilen dargestellt, bei der die Monofile einer Aufwickelvorrichtung zugeführt werden. Das in den Extruder 1 bei beispielsweise 275°C plastifizierte PVDF wird über das als Mehrlochkopfscheibe ausgebildete Extrusionswerkzeug zu Monofilen 2 verformt. Nach Durchlaufen einer kurzen nicht näher bezeichneten Luftstrecke tauchen die Monofile 2 in die Kühlflüssigkeit 5, vorzugsweise Glycerin, das in dem Behälter 4 untergebracht ist, ein. Nach Durchlaufen einer Kühlstrecke, die vom Eintauchen in das Kühlbad bis zur Achse der in dem Kühlbad untergebrachten angetriebenen Umlenkwalze 6 bemessen wird, werden die Monofile über die mit Nuten versehene Umlenkwalze 6 umgelenkt und wieder nach oben aus dem Kühltank 4 herausgeführt und über weitere Umlenkwalzen 8 beispielsweise durch ein nachgeschaltetes Abtropfbecken 9, für das Glycerin, und ein weiteres nachgeschaltetes Spülbad 10, das beispielsweise mit Wasser gefüllt ist, über Abzugswalzen 11 zu der Aufwickelvorrichtung 12 geführt.

In der Fig. 2 ist eine andere Verfahrensvariante zum Herstellen von PVDF-Monofilen schematisch dargestellt, wobei der Extruder 1 horizontal auf dem Sockel 13 ausgestellt ist und das

Extrusionswerkzeug 3 über den Krümmer 18 mit dem Extruder verbunden ist. Die Monofile 2 werden nach dem Herausführen aus dem Kühltank 4 über eine Abzugseinrichtung 14 direkt einer nachgeschalteten Reckanlage 15 zugeführt, wonach sie über eine weitere Abzugsvorrichtung 16 auf die Vorrichtung 17 aufgewickelt werden.

In den Figuren 3 und 4 ist die erfindungsgemäße Ausbildung des Extrusionswerkzeuges als Mehrlochkopf dargestellt. Die in dem Extruder 1 plastifizierte Masse wird dem Extrusionswerkzeug 3 beispielsweise über den Krümmer 18, der außenseitig mit der Heizeinrichtung 19 versehen ist, zugeführt. Das Extrusionswerkzeug 3 ist mit den Verteilerkanälen 31 für die thermoplastische Schmelze ausgebildet und weist hierzu im mittleren Teil den als Einlaufkonus 35 bezeichneten Werkzeugteil auf. An die Verteilerkanäle 31 schließt die eigentliche Düse 20 mit den Düsenaustrittsöffnungen 21 bzw. den Düsenbohrungen 22 an. Wie aus der Aufsicht nach Fig. 4 zu ersehen, sind die Düsenaustrittsöffnungen 21 auf einem einzigen Kreisring angeordnet. Das Extrusionswerkzeug 3 mit Düse 2 weist kurze Fließwege, gleiche Fließweglänge der einzelnen Düsen, praktisch keine Fließgeschwindigkeitsunterschiede, keine toten Ecken, keine unnötige hohe Scherung auf. Durch eine gleichmäßige Beheizung des Werkzeuges 3 mit Außenheizungen 32, 33 sowie innerhalb der Einlaufkonus 35 untergebrachte Heizeinrichtungen 34, beispielsweise in Gestalt von Heizpatronen, werden ebenfalls Temperaturunterschiede vermieden und ein gleichmäßiges Temperaturfeld gewährleistet. Um alle Düsenbohrungen 22 und Düsenaustrittsöffnungen 21 gleichmäßig erwärmen zu können, wurden diese einreihig auf nur einem einzigen Kreisring angeordnet und außenseitig und innenseitig mit je einer Heizeinrichtung 23, 24 ausgerüstet. Bei mehrreihiger Anordnung der Düsenaustrittskanäle entsteht bei ausgeschalteter Heizung ein Wärmegefälle nach außen, bei eingeschalteter Heizung nach innen, diese Temperaturunterschiede führen zu unterschiedlichen Monofildurchmessern, da kältere Monofile dicker sind bzw. einseitig erwärmte Monofile infolge des von der Schmelztemperatur abhängigen Schrumpfes verformt werden. Die um die Düsenaustrittsöffnungen 21 angeordneten Heizeinrichtungen 23 und 24 ermöglichen nicht nur eine gleichmäßige Beheizung, sondern zugleich auch eine unabhängige Beheizung des Düsenaustrittsbereiches von dem übrigen Verteilerbereich innerhalb des Extrusionswerkzeuges 3. Damit ist es aber auch möglich, die erfindungsgemäß vorgeschlagene höhere Beheizung des Düsenaustrittsbereiches vorzunehmen, wodurch eine Glättung der Monofiloberfläche erreicht wird. Um einen Wärmeabfluß von dem Düsenaustrittsbereich 20 mit den Düsenaustrittsöffnungen 21 auf das Extrusionswerkzeug 3 zu verhindern bzw. zu verringern, ist der Düsenaustrittsbereich 20 gegenüber dem Extrusionswerkzeug thermisch isoliert, beispielsweise wie in der

Fig. 3 abgesetzt ausgebildet. Hierbei besteht nur noch über den schmalen Steg 25, durch den die Düsenbohrungen 22 geführt sind, eine Verbindung zu dem übrigen Extrusionswerkzeug. In der Fig. 3 sind für die einzelnen Bereiche beispielsweise die Heiztemperaturen angegeben, woraus ersichtlich wird, daß der Düsenaustrittsbereich 20 höher beheizt wird als das restliche Extrusionswerkzeug. Die Düsenaustrittsöffnung 21 weist einen Durchmesser d auf, der etwas größer als der Durchmesser des extrudierten abgekühlten Monofiles ist, beispielsweise bei einem Monofildurchmesser von 0,6 mm beträgt der Durchmesser der Düsenaustrittsöffnung 1,4 mm. Diese Werte sind empirisch zu ermitteln. Die Länge l der Heizstrecke für den Düsenaustrittsbereich ist etwa 5 bis $20 \times d$ zu wählen, um im Sinne der Erfindung wirksam zu werden. Der Düsenbereich 20 wird vorzugsweise etwa 15 bis 25° höher beheizt als das übrige Werkzeug und die über den Krümmer 18 einlaufende PVDF-Schmelze.

Um eine möglichst optimale Abkühlung der extrudierten Monofile 2 zu erreichen, wird durch ein geeignetes Kühlmedium, wie beispielsweise Glycerin eine langsame Abkühlung der Monofile 2 bei nicht allzu großen Eintauchtiefen gewährleistet, um ein unruhiges Laufen der Monofile zu verhindern. Gleichzeitig muß jedoch die Eintauchtiefe wenigstens so groß gewählt sein, daß eine ausreichende Formverfestigung der Monofile stattgefunden hat, so daß sie beim Auflaufen auf die Umlenkwalze 6 nicht mehr verformt werden.

Aus der in der Fig. 5 gezeigten grafischen Darstellung sind die Durchmesserabweichungen eines mit einer Düsenaustrittsöffnung von 1,4 mm extrudierten und nach der Verfestigung einen runden Durchmesser von 0,6 mm aufweisenden PVDF-Monofils bei Abkühlung in einem Glycerinbad mit einer Eintauchlänge von 1000 mm bei unterschiedlichen Kühltemperaturen und bei Abkühlung in einem Wasserbad bei einer Eintauchtiefe von 2000 mm bei unterschiedlichen Kühltemperaturen dargestellt. Hieraus ist eindeutig zu ersehen, wie durch die Auswahl eines Kühlmediums mit schlechter Wärmeleitfähigkeit und höherer Dämpfung die gewünschten Anforderungen bezüglich der Maßgenauigkeit und Formgenauigkeit des PVDF-Monofils erfüllt werden können.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Herstellen von Monofilen aus Polyvinylidenfluorid, wobei das Polyvinylidenfluorid mit einem Extruder plastifiziert und in einem Extrusionswerkzeug zu Monofilen geformt wird mit nachfolgender Abkühlung in einem Flüssig-

keitsbad, dadurch gekennzeichnet, daß die in dem Extrusionswerkzeug geformten Monofile auf der letzten Wegstrecke vor dem Verlassen des Extrusionswerkzeuges mit einer um 10 bis 30°C, vorzugsweise 15 bis 25°C höheren Temperatur als die vorangehende Extrusionstemperatur beaufschlagt werden und nach dem Verlassen des Extrusionswerkzeuges gegebenenfalls unter Zwischenschaltung einer kurzen Luftkühlstrecke in einem Kühlmedium mit einer Wärmeleitzahl unter 0,40 W/m K, vorzugsweise unter 0,3 W/m K, einer Viskosität des Kühlmediums bei 100°C über 0,5 cPas, vorzugsweise über 1,4 cPas und einer Dichte des Kühlmediums bei 100°C über 1,1 g/cm³, vorzugsweise über 1,2 g/cm³ bei einer Temperatur von 60 bis 140°C, vorzugsweise 90 bis 110°C abgekühlt werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Monofile über eine Tiefe von 200 bis 2000 mm, vorzugsweise 500 bis 1000 mm in das Kühlmedium eintauchen.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß als Kühlmedium Glycerin verwendet wird.

4. Verfahren nach Anspruch 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die abgekühlten Monofile von dem anhaftenden Kühlmedium gereinigt werden.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Monofile zwischen dem Austritt aus dem Extrusionswerkzeug und dem Kühlmedium eine Luftstrecke von 10 bis 250 mm, vorzugsweise 50 bis 100 mm durchlaufen.

6. Vorrichtung zum Herstellen von Monofilen aus Polyvinylidenfluorid nach einem der Ansprüche 1 bis 5, mit einem Extruder mit einem als Mehrlochkopf ausgebildeten Extrusionswerkzeug, bei dem die Düse mit auf einem Kreisring angeordneten Düsenaustrittsöffnungen ausgebildet ist, und einem flüssigkeitsgekühlten Kühltank mit einer Umlenkwalze und einer Abzugsvorrichtung, dadurch gekennzeichnet, daß die Düse mit den Düsenaustrittsöffnungen von dem Extrusionswerkzeug thermisch isoliert und mit einer den Kreisring der Düsenaustrittsöffnungen außen und innen umgebenden regelbaren Heizeinrichtung versehen ist und der Kühltank mit einem Kühlmedium mit einer Wärmeleitzahl unter 0,40 W/m K, vorzugsweise unter 0,3 W/m K einer Viskosität des Kühlmediums bei 100°C über 0,5 cPas, vorzugsweise über 1,4 cPas, einer Dichte des Kühlmediums bei 100°C über 1,1 g/cm³, vorzugsweise über 1,2 g/cm³ gefüllt und bei einer regelbaren Temperatur von 60 bis 140°C, vorzugsweise 90 bis 110°C gehalten ist.

7. Vorrichtung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Düse über einen Steg mit dem Extrusionswerkzeug verbunden ist.

8. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 6 oder 7, dadurch gekennzeichnet, daß das Extrusionswerkzeug außen und innen mit einer Heizeinrichtung ausgestattet ist.

Claims

1. Process for producing monofilaments of polyvinylidene fluoride, in which the polyvinylidene fluoride plasticises in an extruder and is shaped into monofilaments in an extrusion tool with subsequent cooling in a fluid bath, characterised in that the monofilaments shaped in the extrusion tool are subjected, in the final stage before leaving the extrusion tool, to a temperature which is higher by 10 to 30°C, preferably 15 to 25°C, than the temperature of the previous extrusion stage, and, after leaving the extrusion tool, are cooled in a cooling medium at a temperature of 60 to 140°C, preferably 90 to 110°C, optionally also with a short air-cooling-stage, which cooling medium has a coefficient of thermal conductivity less than 0.40 W/m K, preferably less than 0.3 W/m K, a viscosity at 100°C greater than 0.5 cPas, preferably greater than 1.4 cPas, and a density at 100°C greater than 1.1 g/cm³, preferably greater than 1.2 g/cm³.

2. Process according to claim 1, characterised in that the monofilaments are immersed in the cooling medium over a depth of 200 to 2000 mm, preferably 500 to 1000 mm.

3. Process according to claim 1 or 2, characterised in that glycerine is used as cooling medium.

4. Process according to claims 1 to 3, characterised in that the cooled monofilaments are freed from adhering cooling medium.

5. Process according to one of the claims 1 to 4, characterised in that the monofilaments pass through an air path of 10 to 250 mm, preferably 50 to 100 mm between the exit of the extrusion tool and the cooling medium.

6. Apparatus for producing monofilaments of polyvinylidene fluoride according to one of the claims 1 to 5, with an extruder having an extrusion tool in the form of a multiple-duct head, the nozzle of which comprises jet orifices arranged on a circular ring, and with a fluid-cooled cooling-tank having a guide roller and a withdrawal mechanism, characterised in that the nozzle with the jet orifices is thermally insulated from the extrusion tool and is provided with a controllable heating device surrounding outwardly and inwardly the ring of jet orifices, and the cooling tank is filled with a cooling medium having a coefficient of thermal conductivity less than 0.40 W/m K, preferably less than 0.3 W/m K, a viscosity at 100°C greater than 0.5 cPas, preferably greater than 1.4 cPas, a density at 100°C greater than 1.1 g/cm³, preferably greater than 1.2 g/cm³, and is kept at a controllable temperature of 60 to 140°C, preferably 90 to 110°C.

7. Apparatus according to claim 6, characterised in that the nozzle is connected to the extrusion tool via a spacer ring.

8. Apparatus according to one of the claims 6 or 7, characterised in that the extrusion tool is

provided outside and inside with a heating device.

Revendications

1. Procédé de fabrication de monofilaments à partir de fluorure de polyvinylidène, ce dernier étant plastifié avec une extrudeuse, tandis qu'il est façonné en monofilaments dans un dispositif d'extrusion avec refroidissement ultérieur dans un bain de liquide, caractérisé en ce que, sur le dernier parcours, avant de quitter le dispositif d'extrusion, les monofilaments façonnés dans ce dernier sont portés à une température supérieure de 10 à 30°C, de préférence, de 15 à 25°C, à la température précédente d'extrusion tandis que, après avoir quitté le dispositif d'extrusion et en intercalant éventuellement une courte zone de refroidissement à l'air, ces monofilaments sont refroidis à une température de 60 à 140°C, de préférence, de 90 à 110°C, dans un milieu réfrigérant ayant un indice de conductibilité thermique inférieur à 0,40 W/m K, de préférence, inférieur à 0,3 W/m K, une viscosité (à 100°C) supérieure à 0,5 cPas, de préférence, supérieure à 1,4 cPas, ainsi qu'une densité (à 100°C) supérieure à 1,1 g/cm³, de préférence, supérieure à 1,2 g/cm³.

2. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que les monofilaments sont plongés dans le milieu réfrigérant à une profondeur de 200 à 2000 mm, de préférence, de 500 à 1000 mm.

3. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que, comme milieu réfrigérant, on utilise la glycérine.

4. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que les monofilaments refroidis sont débarrassés du milieu réfrigérant qui y adhère, par nettoyage.

5. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que, entre la sortie du dispositif d'extrusion et le milieu réfrigérant, les monofilaments passent par une zone d'air d'une longueur de 10 à 250 mm, de préférence, de 50 à 100 mm.

6. Dispositif pour la fabrication de monofilaments à partir de fluorure de polyvinylidène suivant une des revendications 1 à 5, ce dispositif comportant une extrudeuse pourvue d'un dispositif d'extrusion réalisé sous forme d'une tête à plusieurs trous et dans lequel la filière comporte des orifices de sortie disposés sur un anneau de cercle, de même qu'une cuve de refroidissement refroidie par un liquide et comportant un rouleau de déviation, de même qu'un dispositif de sortie, caractérisé en ce que la filière dans laquelle sont pratiqués les orifices de sortie, est isolée thermiquement du dispositif d'extrusion et comporte un dispositif de chauffage réglable entourant extérieurement et intérieurement l'anneau de cercle formé par les orifices de sortie de la filière, la cuve de refroidissement étant remplie d'un milieu réfrigérant d'un indice de conductibilité thermique inférieur à 0,40 W/m K, de préférence, inférieur à 0,3 W/m K, une viscosité (à 100°C) supérieure à 0,5 cPas, de préférence, supérieure à 1,4 cPas, une densité (à 100°C) supérieure à 1,1 g/cm³, de préférence, supérieure à 1,2 g/cm³, ce milieu étant maintenu à une température réglable de 60 à 140°C, de préférence, de 90 à 110°C.

7. Dispositif suivant la revendication 6, caractérisé en ce que la filière est reliée au dispositif d'extrusion par l'intermédiaire d'un anneau d'entretoisement.

8. Dispositif suivant une des revendications 6 et 7, caractérisé en ce que le dispositif d'extrusion est équipé d'un dispositif de chauffage tant à l'extérieur qu'à l'intérieur.

45

50

55

60

65

6

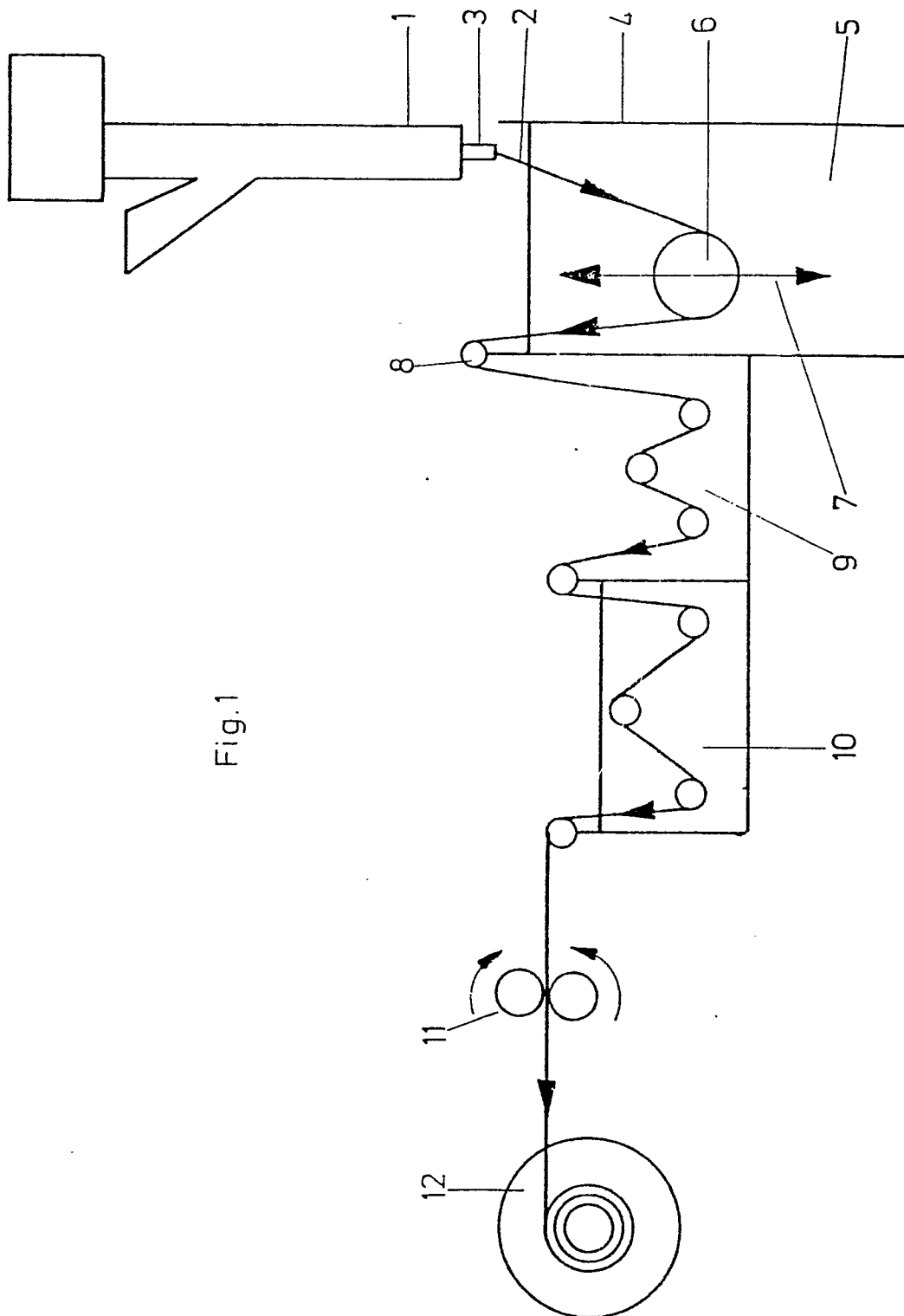


Fig.1

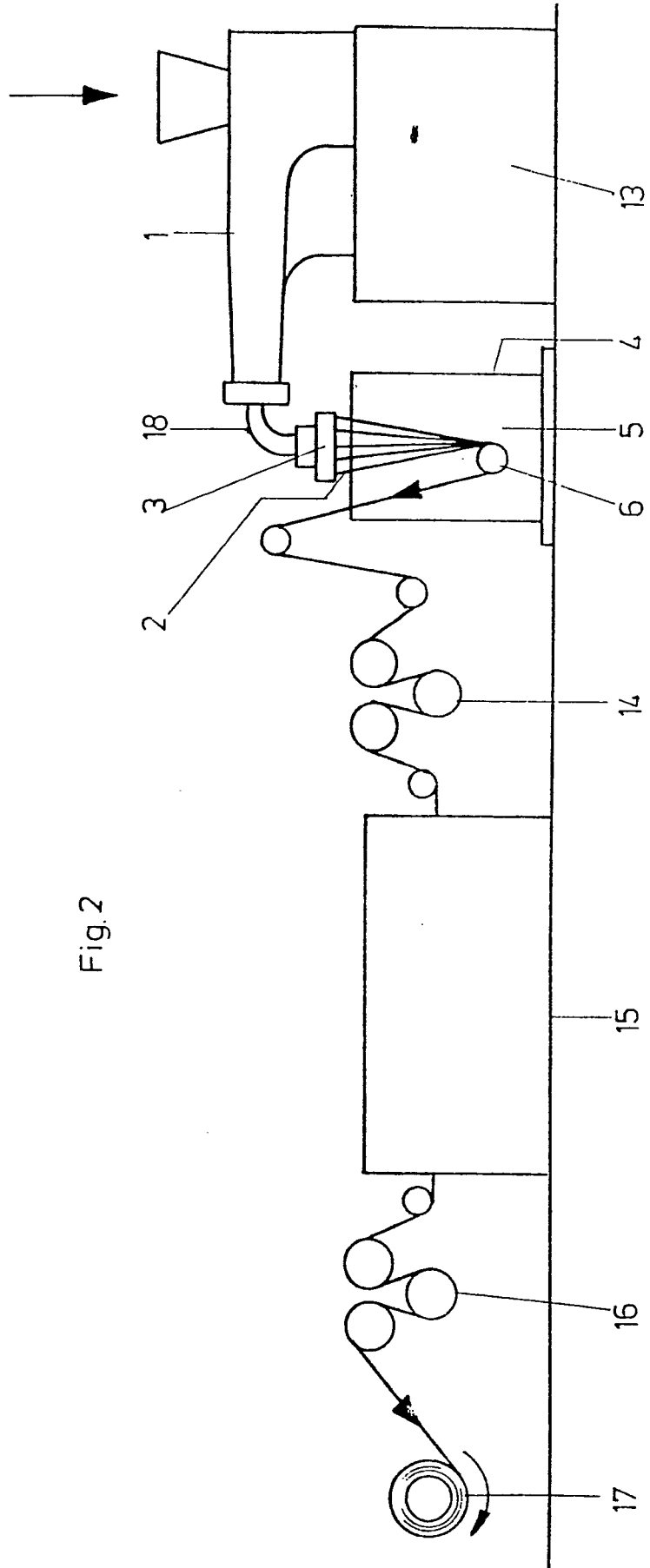


Fig. 2

0 008 612

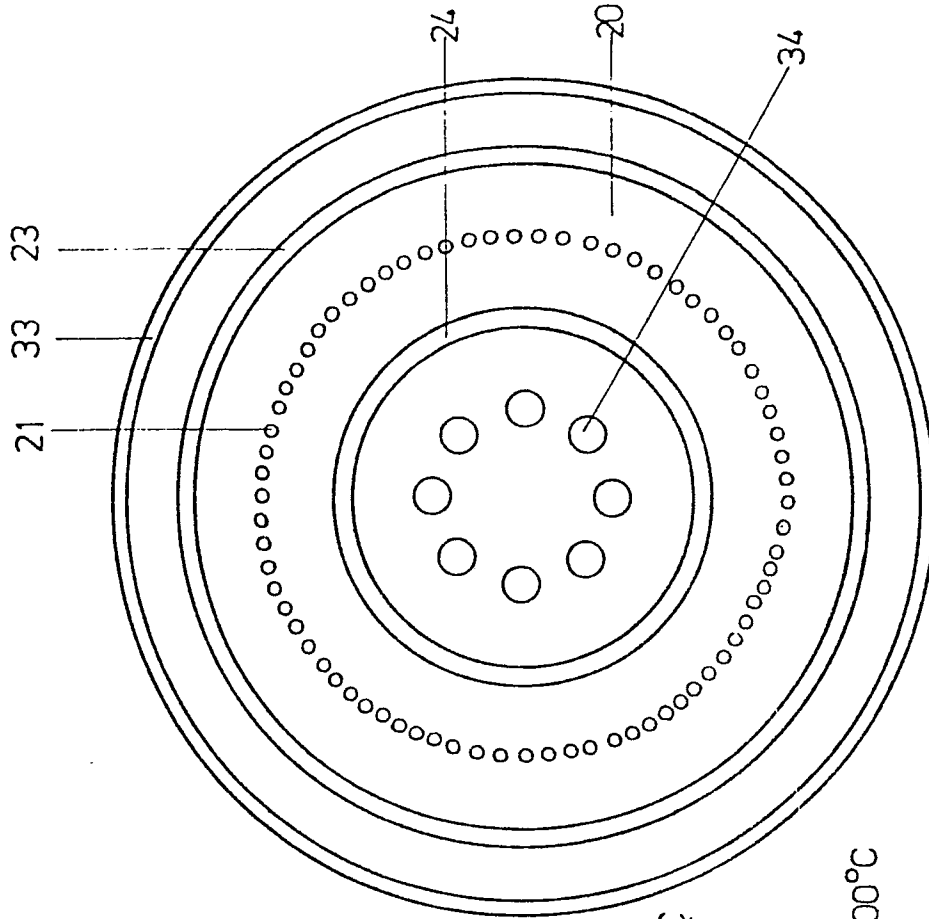


Fig 4

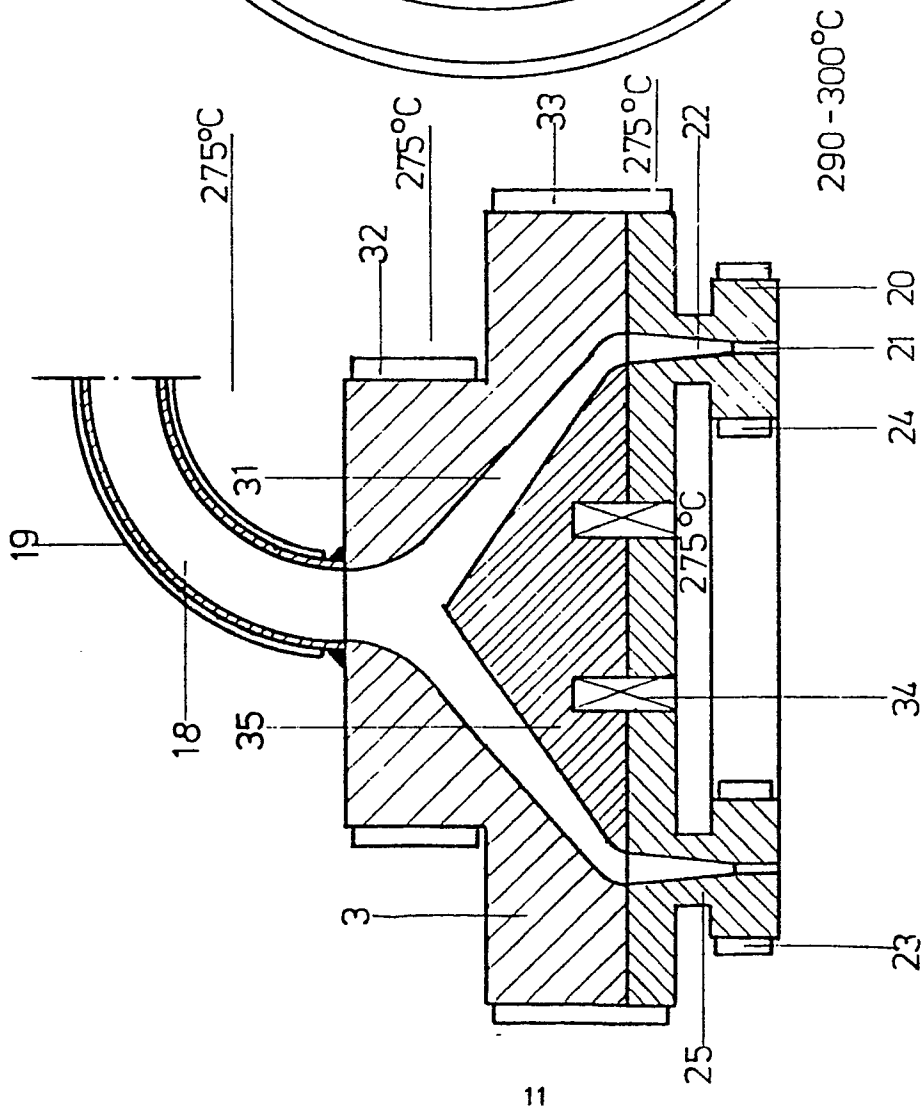


Fig 3

Fig 5

