

12

# EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21 Anmeldenummer: 84890036.1

51 Int. Cl.<sup>3</sup>: **D 01 F 6/74**  
**D 01 D 5/04**

22 Anmeldetag: 01.03.84

30 Priorität: 09.03.83 AT 820/83

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
19.09.84 Patentblatt 84/38

84 Benannte Vertragsstaaten:  
DE FR GB IT NL

71 Anmelder: Chemiefaser Lenzing Aktiengesellschaft  
A-4860 Lenzing(AT)

72 Erfinder: Weinrotter, Klaus, Dipl.-Ing. Dr.  
Edisonstrasse 3  
A-4840 Vöcklabruck(AT)

72 Erfinder: Jeszenszky, Thomas, Dipl.-Chem. Dr.  
Hauptstrasse 28  
A-4862 Kammer a. A.(AT)

72 Erfinder: Schmidt, Heinrich, Dr.  
Parkstrasse 215/7/60  
A-4840 Vöcklabruck(AT)

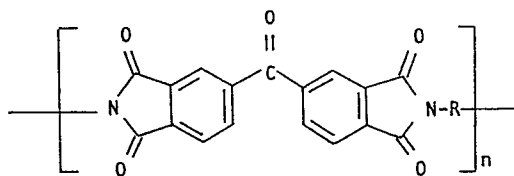
72 Erfinder: Baumann, Siegfried  
Stelzhamerstrasse 6  
A-4850 Timelkam(AT)

72 Erfinder: Kalleitner, Johann  
Fischerstrasse 14  
A-4861 Schörfling(AT)

74 Vertreter: Wolfram, Gustav, Dipl.-Ing.  
Schwindgasse 7 P.O. Box 205  
A-1041 Wien(AT)

54 Verfahren zur Herstellung von schwer entflammaren, hochtemperaturbeständigen Polyimidfasern.

57 Die Herstellung aus einer Lösung der Polyimide der allgemeinen Formel

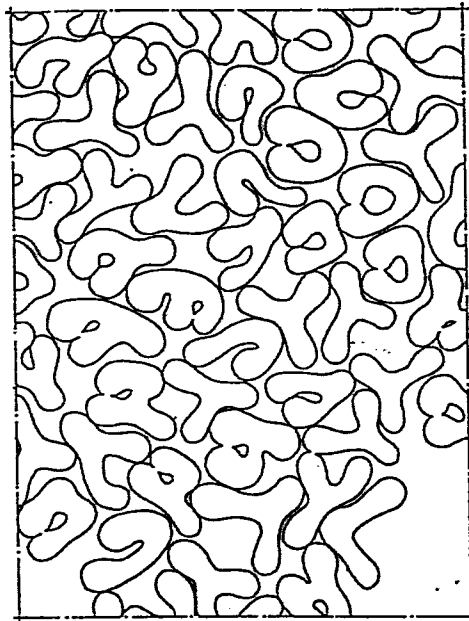


in aprotischen organischen Lösungsmitteln wird nach der Trockenspinnmethode durchgeführt.

Um Fasern mit verbesserten Gebrauchseigenschaften nach der Trockenspinnmethode zu erhalten, die bei gleichem Flächengewicht wie Fasern von rundem Querschnitt eine wesentlich bessere Deckung gewährleisten, einen angenehmen Griff und hohen Glanz haben, wird zur Schaffung von

Fasern mit unregelmäßig gelapptem bzw. gezähntem Querschnitt, wollähnlichem, weichem Griff und hohem Glanz der Trockenspinnprozeß in einem Spinnsticht durchgeführt, wobei eine 20 bis 40 %ige Lösung des Polyimids aus Düsen mit rundem Querschnitt, Lochzahlen von 20 bis 800 und einem Düsenlochdurchmesser von 100 bis 300 µm versponnen wird, eine Spritzgeschwindigkeit zwischen 20 und 100 m/min, eine Abzugsgeschwindigkeit zwischen 100 und 800 m/min, eine Spinnmenge zwischen 40 und 100 m<sup>3</sup>/h, bezogen auf Normalbedingungen und eine Spinnstemperatur zwischen 200 und 350°C angewendet werden, die dabei erhaltenen Schachtkabel mit einem Restlösungsmittelgehalt von 5 bis 25 Gew.% - bezogen auf den Polymerfeststoff - und mit einem Einzelfilamenttiter zwischen 3,5 und 35 dtex in heißem Wasser gewaschen, dann auf einen Feuchtigkeitsgehalt von weniger als 5 % getrocknet, anschließend hochtemperaturverstreckt und gegebenenfalls gekräuselt und zu Stapelfasern geschnitten werden.

FIG.1.



Verfahren zur Herstellung von schwer entflammaren, hochtemperaturbeständigen Polyimidfasern

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von schwer entflammaren, hochtemperaturbeständigen Polyimidfasern nach der Trockenspinnmethode aus einer Lösung in aprotischen organischen Lösungsmitteln.

5

Hitzebeständige Polymerisate sind seit längerem bekannt. Sie enthalten in ihren Molekülketten aromatische Gruppen, so daß hochkonjugierte Bindungssysteme entstehen, die für die Hochtemperaturbeständigkeit wesentlich sind.

10 Beispiele dafür sind aromatische Polyamide und Polyimide, bei denen durch Substitution der aliphatischen Kette durch Benzolreste die Temperaturbeständigkeit wesentlich erhöht werden konnte.

15 Ein Hindernis für die technische Anwendung dieser Verbindungen stellt die Tatsache dar, daß sie in der Regel weder in Lösungsmitteln löslich noch schmelzbar sind. Ihre Formgebung kann daher nicht, wie bei anderen Kunststoffen, durch Extrusion, Schmelzspinnen, Trockenspinnen, 20 Naßspinnen oder ähnliche Vorgänge erfolgen.

Um diese Schwierigkeiten zu umgehen, hat man vorgeschlagen, durch Kondensation eines Tetracarbonsäuredianhydrids mit einem Diamin unter relativ milden Bedingungen 25 zuerst eine Polyamidsäure herzustellen, bei der die jeweilige Amingruppe erst mit jeweils einer der zwei zur Verfügung stehenden Carboxylgruppen des Anhydrids reagiert. Diese Polyamidsäure ist löslich und aus ihren Lösungen lassen sich Folien, Filme oder auch Fasern 30 formen. Anschließend wird durch Erhitzen aus diesen Produkten das Lösungsmittel entfernt und durch weiteres Erhitzen die Reaktion zum Polyimid durchgeführt.

Diese Vorgangsweise hat jedoch schwerwiegende Nachteile, 35 indem die Zwischenstufe gegen hydrolytischen Abbau sehr

empfindlich ist und bei der endgültigen Kondensation zum Polyimid nochmals Wasser freigesetzt wird, welches aus dem Inneren der Formkörper (Folien, Filme, Fasern) nur durch Diffusion entweichen kann. Wird diese Reaktion zu  
5 schnell durchgeführt, so bildet der entstehende Wasserdampf im Inneren der Formkörper Hohlräume, die für die Gebrauchseigenschaften schädlich sind.

Ein weiterer bekannter Vorschlag zur Gewinnung von schwer  
10 entflammbaren hochtemperaturbeständigen Polymeren findet sich in der DE-PS 2 143 080. Die dort beschriebenen Mischpolyimide sind in polaren, aprotischen organischen Lösungsmitteln, wie Dimethylformamid, Dimethylacetamid, N-Methylpyrrolidon oder Dimethylsulfoxid löslich. Die  
15 Polymere werden durch Lösungskondensation von Benzophenontetracarbonsäuredianhydrid mit einer Mischung aus Toluylendiisocyanat und Diphenylmethandiisocyanat in einem der vorerwähnten Lösungsmittel hergestellt. Aus den Lösungen kann das Polymer direkt weiterverarbeitet  
20 werden. In der DE-OS 2 442 203 wird weiters beschrieben, daß aus den Lösungen insbesondere durch Naßspinnen Fasern hergestellt werden können, wobei durch Auswahl des Spinnbades der Faserquerschnitt verschieden ausgebildet werden kann. Bei Verwendung von Wasser mit wechselnden An-  
25 teilen von polarem aprotischem Lösungsmittel (z.B. Dimethylformamid, Dimethylacetamid, N-Methylpyrrolidon oder ähnliche) ist der Faserquerschnitt rund bzw. elliptisch. Bei Verwendung von z.B. Glycerin im Fällbad entstehen Pseudohohlfasern mit einem schmalen Längsschlitz  
30 und einer gezähnten Außenseite. Hinsichtlich Trockenspinnen finden sich in der DE-OS 24 42 203 lediglich allgemeine Hinweise ohne Aussage über dabei erzielbare Faser-  
eigenschaften.

35 Die Herstellung von Polyimidfasern nach dem Trocken-

spinnverfahren aus Lösungen, welche Polymere, gebildet aus Benzophenontetracarbonsäuredianhydrid und einer Mischung aus Toluylendiisocyanat und Diphenylmethandiisocyanat enthalten, ist demnach bis heute nicht zufriedenstellend gelöst. Infolge der Einsparung von Koagulationsbädern und der einfacheren Rückgewinnbarkeit der Spinnlösungsmittel beim Trockenspinnen ist die Faserherstellung nach der Trockenspinnmethode auch aus dem Gesichtspunkt der Wirtschaftlichkeit günstiger als mittels Naßspinnen.

Es wurde auch bereits vorgeschlagen, beim Trocken- oder Schmelzspinnen von textilen Synthefasern diesen einen gewünschten gelappten oder gezähnten Querschnitt zu verleihen, indem man Düsenlöcher mit einem entsprechenden Querschnitt, beispielsweise in Sternform, verwendet. So wird z.B. in der DE-OS 30 40 970 beschrieben, daß querschnittsmodifizierte Acrylfasern nach dem Trockenspinnverfahren durch besondere geometrische Ausführung der Düsenlöcher - mittels sogenannter Profildüsenlöcher - erhalten werden können. Abgesehen von der schwierigen und teuren Herstellung der komplizierten Düsenöffnungen ergibt sich auch der Nachteil, daß solche Düsen wesentlich schneller korrodieren als Düsen mit rundem Querschnitt. Trotzdem wurde dieser Nachteil in Kauf genommen, um bessere Gebrauchseigenschaften der Fasern, insbesondere eine Verbesserung des Schmutzverhaltens, eine Erhöhung der Farbbrillanz, die Erzielung eines angenehmen Griffes und eine Verbesserung des Warenausfalls bei textilen Anwendungen zu erhalten.

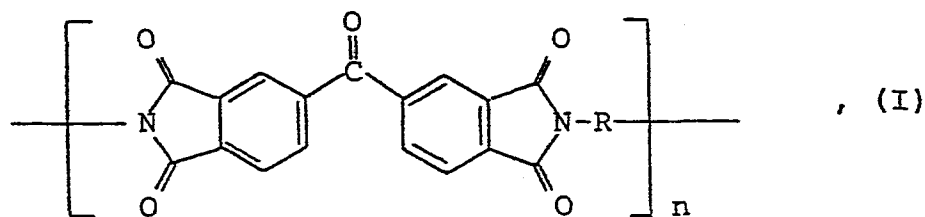
Üblicherweise werden bei Verwendung von runden Düsenlöchern beim Schmelzspinnen runde und beim Trockenspinnen von Lösungen hantelförmige Faserquerschnitte erhalten. Somit war auch beim Einsatz von Polyimid-Lösungen in einem herkömmlichen Trockenspinnverfahren kein anderes Ergebnis zu

erwarten.

Die Erfindung stellt sich die Aufgabe, Fasern aus schwer entflammaren, hochtemperaturbeständigen Polyimidpoly-  
 5 meren nach der Trockenspinnmethode herzustellen, die verbesserte Gebrauchseigenschaften, insbesondere einen unregelmäßigen Faserquerschnitt, aufweisen, die bei gleichem Flächengewicht wie Fasern von rundem Querschnitt eine wesentlich bessere Deckung gewährleisten, einen ange-  
 10 nehmen Griff und hohen Glanz haben.

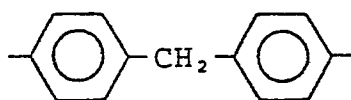
Diese Aufgabe wird bei einem Verfahren der eingangs definierten Art ausgehend von Polyimidpolymeren mit einer Zusammensetzung der allgemeinen Formel

15



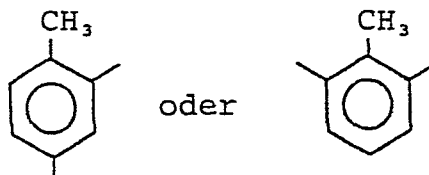
20

wobei R teilweise als eine Gruppe der Formel



25

und der Rest als eine Gruppe der Formel



30

vorliegt, erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß zur Erreichung von Fasern mit unregelmäßig gelapptem bzw. gezähntem Querschnitt, wollähnlichem, weichem Griff und hohem Glanz der Trockenspinnprozeß in einem Spinnschacht durchgeführt  
 35 wird, wobei eine 20 bis 40 %ige Lösung des Polyimids aus Düsen mit rundem Querschnitt, Lochzahlen von 20 bis 800 und

einem Düsenlochdurchmesser von 100 bis 300  $\mu\text{m}$  versponnen wird, eine Spritzgeschwindigkeit zwischen 20 und 100 m/min, eine Abzugsgeschwindigkeit zwischen 100 und 800 m/min, eine Spinn gasmenge zwischen 40 und 100  $\text{m}^3/\text{h}$  unter Normalbedingungen und eine Spinn gas temperatur zwischen 200 und 350°C angewendet werden, die dabei erhaltenen Schachtkabel mit einem Restlösungsmittelgehalt von 5 bis 25 Gew.% - bezogen auf den Polymerfeststoff - und mit einem Einzel filamenttiter zwischen 3,5 und 35 dtex in heißem Wasser gewaschen, dann auf einen Feuchtigkeitsgehalt von weniger als 5 % getrocknet, anschließend hochtemperaturver streckt und gegebenenfalls gekräuselt und zu Stapelfasern geschnitten werden.

Die Herstellung der Polymeren kann, wie bekannt, durch Umsetzen von Benzophenontetracarbonsäuredianhydrid, Toluylendiisocyanat und Diphenylmethandiisocyanat in einem aprotischen organischen Lösungsmittel vorgenommen werden, wobei man eine Lösung des Polymeren erhält. Man kann das feste pulverförmige Polymere aber auch kontinuierlich oder diskontinuierlich in einem aprotischen Lösungsmittel wie Dimethylacetamid, N-Methylpyrrolidon oder Dimethylsulfoxid, vorzugsweise Dimethylformamid, in Lösung bringen. Die Lösetemperatur wird zwischen 30 und 120°C gewählt, vorzugsweise wird eine Lösung mit einem Gehalt zwischen 25 und 35 Gew.% bereitet. Die erhaltene Lösung wird entgast, kann ein- oder mehrmals filtriert werden und wird über eine Spinnpumpe dem Spinnkopf einer Trockenspinneinrichtung zugeführt.

30

Die Einzelschachtleistung kann zweckmäßig zwischen 20 und 400 kg Faser/d, vorzugsweise zwischen 150 und 300 kg/d, betragen.

35 Je nach Auslegung der Anlage können mehrere Spinn schächte zu einer sogenannten "Spinnmaschine" kombiniert werden.

Die technische Ausführung des Spinnkopfes, des Spinn-  
schachtes bzw. der gesamten Spinnmaschine kann ähnlich  
jener sein, die beim Trockenspinnen von Acrylfasern  
üblich ist.

5

Unter Einhaltung der angegebenen Spinnbedingungen erhält  
man erfindungsgemäß beim Trockenspinnen aus Runddüsen in  
völlig überraschender Weise stark gelappte und unregel-  
mäßig gezähnte Faserquerschnitte.

10

In Fig. 1 sind typische Faserquerschnitte eines auf diese  
Weise erhaltenen Schachtkabels dargestellt.

15

Obwohl die Einzelfilamente etwa gleiche Fasertiter auf-  
weisen, sind die Querschnitte unregelmäßig und be-  
sitzen - um alphabetische Buchstaben als Vergleich  
heranzuziehen - stark profilierte Formen wie W, U, C,  
Y, E, V, T, X. Diese Faserquerschnittsformen, welche  
sich auch bei der folgenden Fasernachbehandlung nicht

20

ändern, sind eine von Textiltechnikern seit langem ge-  
wünschte Eigenschaft, welche die oben erwähnte Ver-  
besserung der Gebrauchseigenschaften mit sich bringt.

25

Die in Fig. 1 gezeigten, typischen Faserbündelquer-  
schnitte ändern sich nicht bei Anwendung unterschied-  
licher Düsenlochanzahlen, sofern die Düsenlöcher nur  
rund sind. So wurden die gleichen typischen Querschnitts-  
formen sowohl beim Einsatz von 100-Loch-Düsen, als auch  
von 200-, 400-, 600- und 800-Loch-Düsen erhalten.

30

Die in beschriebener Weise mittels Trockenspinnen erhalte-  
nen, zwischendurch aufgespulten oder in Kannen abgelegten  
Schachtkabel werden zur Nachbehandlung vorteilhaft mit  
Einzugsgeschwindigkeiten von 2 bis 20 m/min zunächst bei  
Temperaturen von 80 bis 100°C mit Wasser gewaschen, dann

35

voraviviert, über einen Siebtrommel- oder Kalandertrockner  
bei Temperaturen zwischen 120 und 300°C getrocknet, bis die



- Kabelfeuchte nach dem Trockner weniger als 5 % beträgt, das Kabelband wird anschließend ein- oder mehrstufig im Verhältnis 1 : 2 bis 1 : 10 bei Temperaturen zwischen 315 bis 450°C verstreckt, anschließend mit einer üblichen Präparation nachaviviert, in einer Stauchkräuselmaschine bei Raumtemperatur gekräuselt und schließlich zu Stapelfasern geschnitten bzw. im Falle der Herstellung von Endlosfilamenten nach dem Verstreckvorgang aufgespult.
- 10 Durch die intensive Wäsche mit heißem Wasser werden die Fasern vom Restlösungsmittel befreit. Die Voravivierung beinhaltet den Auftrag eines handelsüblichen Antistatikums, um das Faserband problemlos durch den Trockner führen zu können. Die Einhaltung des Feuchtigkeitsgehaltes von weniger als 5 % nach der Trocknung ist wichtig, um die darauffolgende Hochtemperaturverstreckung ohne Schwierigkeiten durchführen zu können. Diese Hochtemperaturverstreckung wird entweder über beheizte Walzen, einen Heiztisch oder über einen Heißluftofen durchgeführt, und sie kann einstufig oder mehrstufig erfolgen. Die Einhaltung der Temperaturen zwischen 315 und 450°C während der Verstreckung ist wegen des hohen Glasumwandlungspunktes der Polyimidfasern (etwa 315°C) notwendig.
- 25 Trotz des hohen Glasumwandlungspunktes der Polymeren kann mit herkömmlichen Stauchkammerkräuselmaschinen bei Temperaturen  $< 100^{\circ}\text{C}$  eine befriedigende Kräuselung aufgebracht werden, welche die spätere Weiterverarbeitung der Stapelfasern auf üblichen Textilmaschinen ermöglicht. Die Nachavivierung erfolgt mittels handelsüblicher Avivagen für Synthesefasern, welche kationischen und/oder anionischen und/oder nichtionogenen Charakter haben können. Der Zeitpunkt der Nachavivierung muß nicht unbedingt nach der Hochtemperaturverstreckung, sondern
- 35 kann auch nach der Kräuselung gewählt werden. Das Schneiden zu Stapelfasern erfolgt mit handelsüblichen Schneid-

maschinen. Im Falle der Herstellung von Endlosgarnen werden die Kabelbänder mit der gewünschten Kabelstärke getrennt durch die Nachbehandlungsanlage geführt und nach der Hochtemperaturverstreckung und eventuell einer Nach-  
5 avivierung auf Spulen aufgewickelt.

Die Bedingungen, die im erfindungsgemäßen Verfahren in den einzelnen Stufen einzuhalten sind, sind in der folgenden Aufstellung übersichtlich zusammengefaßt:

10

Löserei: Konzentration der Lösung: 20 bis 40 Gew. %  
bevorzugt: 25 bis 35 Gew. %

Temperatur beim Lösevorgang: 30 bis 120°C  
bevorzugt: 40 bis 80°C

15 Spinnerei: Einzelschachtleistung: 20 bis 400 kg/d  
bevorzugt: 150 bis 300 kg/d

Düsenlochzahl: 20 bis 800 Löcher/  
Düse

Düsenlochdurchmesser: 100 µm bis 300 µm  
20 bevorzugt: 150 µm bis 200 µm

Düsenlochform: rund

Spritzgeschwindigkeit: 20 bis 100 m/min

Abzugsgeschwindigkeit: 100 bis 800 m/min

Einzelfilament des

25 Schachtkabels: 3,5 dtex bis 35 dtex

Spinn gasmenge: 40 bis 100 m<sup>3</sup>/h (bezogen auf Normalbedingungen)

Spinn gas temperatur: 200 bis 350°C

30 Rest-Lösungsmittelgehalt  
im Schachtkabel:

5 bis 25 %

Nachbehandlung:

Kabel-Ein zugsgeschwindigkeit: 2 bis 20 m/min

35 Temperatur des Waschwassers:

80 bis 100°C

	Trocknertemperatur:	120 bis 300°C
	Kabelfeuchtigkeit nach	
	Trockner:	< 5 %
5	Verstreckung:	einstufig oder mehr- stufig
	Gesamtstreckverhältnis:	1 : 2 bis 1 : 10
	bevorzugt:	1 : 3 bis 1 : 7
	Strecktemperatur:	315 bis 450°C
	bevorzugt:	330 bis 390°C
10	Kräuselung:	Stauchkammermethode
	Kabelendgeschwindigkeit:	6 bis 100 m/min
	bevorzugt:	30 bis 70 m/min

Die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten,  
15 trockengesponnenen Polyimidfasern zeichnen sich durch  
folgende Eigenschaften aus:

- Schwerentflammbarkeit: die Fasern besitzen einen LOI  
(Limiting Oxygen Index) nach ASTM D-2863 von  $\geq 33$  % O<sub>2</sub>.
- 20 - Die Fasern schmelzen nicht, sondern zersetzen sich  
bei Temperaturen  $> 450^\circ\text{C}$ .
- Thermostabilität: die bisherigen Messungen zeigen, daß  
die nach obigem Verfahren hergestellten Polyimidfasern  
Dauertemperaturbelastungen bis 260°C standhalten, ohne  
25 ihre Fasereigenschaften merklich einzubüßen.
- Textilmechanische Faserdaten:
  - ausgezeichnetes Arbeitsvermögen;  
(ein typisches Kraft/Dehnungs-Diagramm ist in Fig. 2  
dargestellt)
- 30 - sehr gute Knoten- und Schlingenfestigkeit;
- niedriger Faserschrumpf in kochendem Wasser (< 0,5 %);
- unregelmäßiger, gelappter bzw. gezählter Faserquer-  
schnitt;
- begrenztes Wasseraufnahmevermögen;
- 35 - hoher Glanz;
- angenehmer, wollähnlicher Griff:

- Endfasertiter variabel von 0,6 bis 10 dtex.
- Farbe: die natürliche Farbe der nach obigem Verfahren hergestellten Polyimidfaser ist goldgelb.

5 Das erfindungsgemäße Verfahren ist in folgenden Beispielen näher erläutert:

Beispiel 1:

9 kg Polyimid der allgemeinen Formel (I) werden in 24,3  
10 kg Dimethylformamid 30 min bei einer Temperatur von 30°C  
unter Rühren in einem Behälter gelöst. Anschließend wird  
das Gemisch durch 40-minütiges Erhitzen auf 60°C in eine  
Spinnlösung übergeführt, bei einem Druck von 507 mbar  
entgast, filtriert und über eine Zahnradpumpe dem Spinn-  
15 kopf eines Trockenspinnschachtes zugeführt. Die Ver-  
spinnung erfolgt über eine 240-Lochdüse, die Düsenloch-  
form ist kreisrund und besitzt einen Lochdurchmesser von  
175 µm. Die Spinnlösungstemperatur beträgt vor dem Ein-  
tritt in das Düsenpaket 70°C. Die Spinn gastemperatur  
20 beträgt in Höhe des Düsenpaketes 295°C und am Ende des  
8 m langen Spinn schachtes 115°C, die Spinn gasmenge  
60 m<sup>3</sup>/h (bezogen auf Normalbedingungen). Die Schacht-  
leistung wird auf 150 kg Faser/d eingestellt. Das Spinn-  
gut vom Gesamttiter 2640 dtex, welches einen Rest-DMF-  
25 Gehalt von 15 Gew.%, bezogen auf Polymerfeststoff, auf-  
weist, wird auf Spulen gesammelt und zu einem Kabelband  
vom Gesamttiter 184 800 dtex gefacht. Das Kabelband wird  
anschließend in Wasser von 90°C gewaschen, in einer Tauch-  
wanne mit einer Antistatik-Avivage versehen, bei 180°C  
30 über einen Siebtrommeltrockner getrocknet und anschließend  
über einen Heizbügel im Verhältnis 1 : 5 verstreckt. Die  
Oberflächentemperatur des Heizbügels beträgt 380°C. Das  
verstreckte Kabelband wird mit einer Mischung von kation-  
aktiver/nichtionogener Präparation versehen, in einer  
35 Stauchkammer bei Raumtemperatur gekräuselt und zu Stapel-  
fasern von 40 mm Länge geschnitten. Die Fasern, welche

einen Endtiter von 2,2 dtex aufweisen, besitzen eine Festigkeit von 28 cN/tex, die Faserdehnung beträgt 34 %, die Schlingenfestigkeit 15 cN/tex, die Knotenfestigkeit 20 cN/tex, der Kochschrumpf ist 0,4 %.

5

Die Fasern zeigen im Querschnitt ausgeprägte gelappte bzw. gezähnte Form (wie in Fig. 1 dargestellt) und der LOI-Wert, gemessen an einem Strickstrumpf mit einem Flächengewicht von 150 g/m<sup>2</sup>, beträgt 37 % O<sub>2</sub>. Werden  
10 die Fasern über einen Zeitraum von 250 Stunden einer Temperatur von 260°C ausgesetzt, ändern sich die angegebenen Faserdaten nicht, d.h. die Faser ist bei der angegebenen Temperatur thermostabil. Die Wasseraufnahme der Fasern liegt bei 20°C und 65 % relativer Luft-  
15 feuchtigkeit bei 2,7 %.

#### Beispiel 2:

11 kg Polyimid der in Beispiel 1 beschriebenen Zusammensetzung werden in 25 kg Dimethylformamid 40 min bei  
20 einer Temperatur von 50°C unter Rühren in einem Behälter gelöst. Anschließend wird das Gemisch durch einstündiges Erhitzen auf 80°C in eine 31,5 %ige Spinnlösung übergeführt, bei einem Druck von 467 mbar entgast, filtriert und über eine Zahnrادpumpe dem Spinnkopf eines Trocken-  
25 spinnschachtes zugeführt. Die Verspinnung erfolgt über eine 600-Lochdüse, die Düsenlochform ist kreisrund und besitzt einen Lochdurchmesser von 150 µm. Die Spinnlösungstemperatur beträgt vor dem Eintritt in das Düsenpaket 90°C. Die Spinnungstemperatur beträgt in der Höhe  
30 des Düsenpaketes 320°C und am Ende des Spinnschachtes 120°C, die Spinnungsmenge 70 m<sup>3</sup>/h (bezogen auf Normalbedingungen). Die Schachtleistung wird auf 200 kg Faser/d eingestellt. Das Spinngut vom Gesamttiter 7140 dtex, welches einen Rest-DMF-Gehalt von 17 Gew.%, bezogen auf  
35 Polymerfeststoff, aufweist, wird auf Spulen gesammelt und zu einem Kabelband von Gesamttiter 357 000 dtex ge-

facht. Das Kabelband wird, wie in Beispiel 1 beschrieben, gewaschen, voraviviert, getrocknet und anschließend über beheizte Walzen zweistufig verstreckt. Das Gesamtstreckverhältnis ist 1 : 7, die Oberflächentemperatur der be-

5 beheizten Walzen beträgt 340°C. Das Kabelband wird bei Raumtemperatur in einer Stauchkräuselkammer gekräuselt, anschließend mit einer nichtionogenen Avivage durch Sprühavivierung behandelt und zu Stapelfasern geschnitten.

10 Die Fasern, welche einen Endtiter von 1,7 dtex aufweisen, besitzen eine Festigkeit von 30 cN/tex, die Faserdehnung beträgt 30 %, der Kochschrumpf ist 0,45 %.

Die Fasern zeigen im Querschnitt die in Fig. 1 dargestellte bzw. in Beispiel 1 beschriebene, charakteristische Form.

15

#### Beispiel 3:

Eine 25 %ige Lösung von Polyimid (Zusammensetzung siehe

20 Beispiel 1) in DMF, welche bei der Polykondensationsreaktion erhalten wurde, wird filtriert und direkt in den Entgasungsbehälter gefüllt. Die weitere Behandlung der Lösung erfolgt wie in Beispiel 1. Die Verspinnung der Lösung erfolgt über eine 240-Lochdüse, die Düsen-

25 lochform ist kreisrund und besitzt einen Lochdurchmesser von 175 µm. Die Spinnlösungstemperatur beträgt vor dem Eintritt in das Düsenpaket 60°C. Die Spinn gastemperatur beträgt in Höhe des Düsenpaketes 260°C und am Ende des Spinn schachtes 110°C, die Spinn gasmenge 55 m<sup>3</sup>/h (bezogen

30 auf Normalbedingungen). Die Schachtleistung wird auf 130 kg Faser/d eingestellt. Das Spinn gut vom Gesamttiter 6240 dtex, welches einen Rest-DMF-Gehalt von 20 Gew.%, bezogen auf Polymerfeststoff, aufweist, wird auf Spulen gesammelt und mehrere Spulen dem Nachbehandlungsprozeß

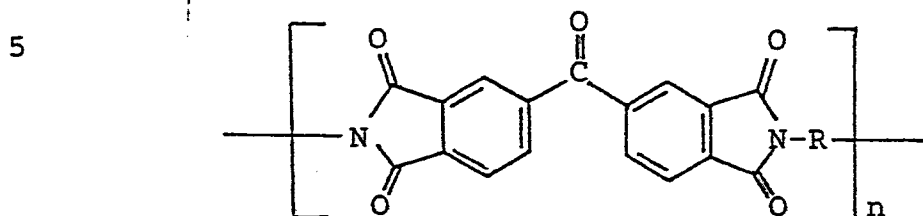
35 vorgelegt. Die einzelnen Kabelbänder, welche je einen Gesamttiter von 6240 dtex aufweisen, werden getrennt

durch den Nachbehandlungsprozeß geführt, also gewaschen,  
voraviviert und getrocknet. Die Verstreckung erfolgt in  
einem Schritt in einem Heißluftofen, das Verstreckver-  
hältnis beträgt 1 : 4,7. Die Lufttemperatur beim Ver-  
5 strecken beträgt 420°C. Die verstreckten Kabelbänder  
werden anschließend einzeln auf Kreuzspulen als Endlos-  
filamentbündel gewickelt. Die Einzelfilamente, welche  
einen Endtiter von 5,5 dtex aufweisen, besitzen eine  
Festigkeit von 24 cN/tex, die Faserdehnung beträgt 40 %,   
10 der Kochschrumpf ist 0,3 %.

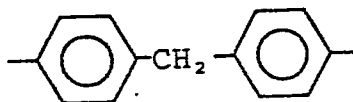
Die Filamente zeigen im Querschnitt die in Fig. 1 darge-  
stellte, charakteristische Form.

## Patentansprüche:

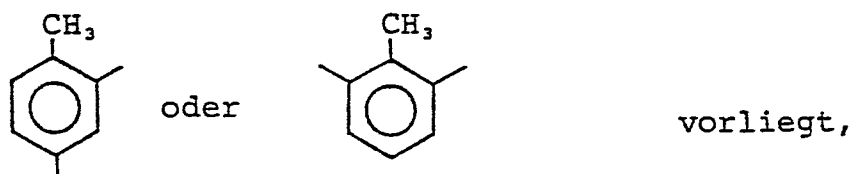
1. Verfahren zur Herstellung von schwer entflammaren, hochtemperaturbeständigen Polyimidfasern mit einer Zusammensetzung der allgemeinen Formel



- 10 wobei R teilweise als eine Gruppe der Formel



- 15 und der Rest als eine Gruppe der Formel



- 20 nach der Trockenspinnmethode aus einer Lösung in apro-  
tischen organischen Lösungsmitteln, dadurch gekenn-  
zeichnet, daß zur Erreichung von Fasern mit unregel-  
mäßig gelapptem bzw. gezähntem Querschnitt, wolllähn-  
lichem, weichem Griff und hohem Glanz der Trockenspinn-  
25 prozeß in einem Spinnschacht durchgeführt wird, wobei  
eine 20 bis 40 %ige Lösung des Polyimids aus Düsen  
mit rundem Querschnitt, Lochzahlen von 20 bis 800 und  
einem Düsenlochdurchmesser von 100 bis 300 µm ver-  
spinnen wird, eine Spritzgeschwindigkeit zwischen 20  
30 und 100 m/min, eine Abzugsgeschwindigkeit zwischen  
100 und 800 m/min, eine Spinnmenge zwischen 40 und  
100 m<sup>3</sup>/h (bezogen auf Normalbedingungen) und eine  
Spinn gastemperatur zwischen 200 und 350°C angewendet  
werden, die dabei erhaltenen Schachtkabel mit einem



Restlösungsmittelgehalt von 5 bis 25 Gew.% - bezogen auf den Polymerfeststoff - und mit einem Einzelfilamenttiter zwischen 3,5 und 35 dtex in heißem Wasser gewaschen, dann auf einen Feuchtigkeitsgehalt von  
5 weniger als 5 % getrocknet, anschließend hochtemperaturverstreckt und gegebenenfalls gekräuselt und zu Stapelfasern geschnitten werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet,  
10 daß die erhaltenen aufgespulten oder in Kannen abgelegten Schachtkabel zur Nachbehandlung mit Einzugsge-  
schwindigkeiten von 2 bis 20 m/min zunächst bei Temperaturen von 80 bis 100°C mit Wasser gewaschen, dann  
voraviviert, über einen Siebtrommel- oder Kalandertrockner bei Temperaturen zwischen 120 und 300°C ge-  
15 trocknet werden, bis die Kabelfeuchte nach dem Trockner weniger als 5 % beträgt, das Kabelband anschließend ein- oder mehrstufig im Verhältnis 1 : 2 bis 1 : 10  
bei Temperaturen zwischen 315 und 450°C verstreckt,  
20 anschließend mit einer üblichen Präparation nachaviviert, in einer Stauchkräuselmaschine bei Raumtemperatur gekräuselt und schließlich zu Stapelfasern geschnitten bzw. im Falle der Herstellung von Endlospilamenten nach dem Verstreckvorgang aufgespult wird.

25

3. Verfahren nach einem oder beiden der Ansprüche 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß eine Lösung des Polyimids in Dimethylacetamid, Dimethylsulfoxid, N-Methylpyrrolidon oder vorzugsweise in Dimethylformamid ver-  
30 sponnen wird.

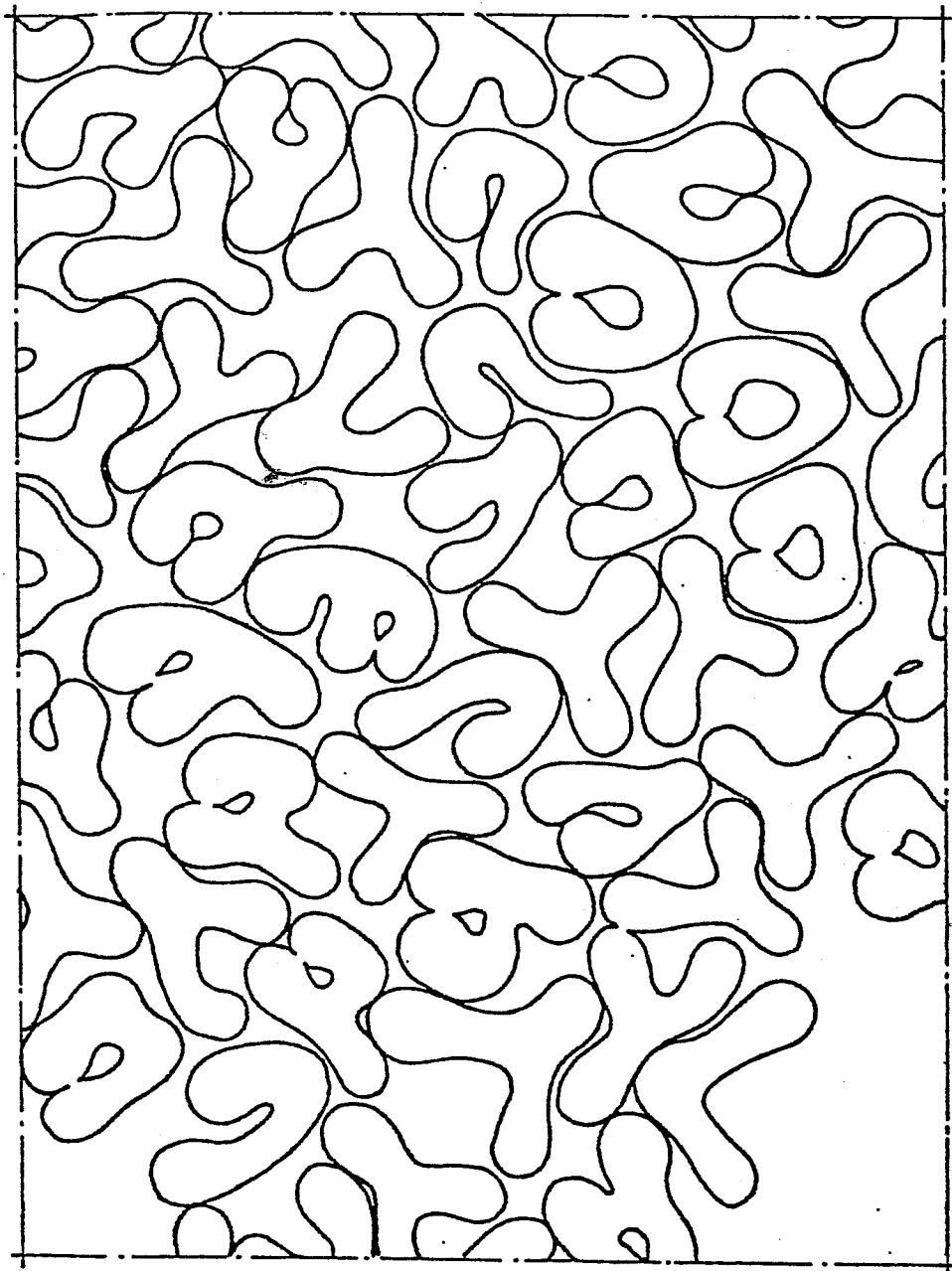


FIG.2

