

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 1 208 252 B1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des
Hinweises auf die Patenterteilung:

24.03.2004 Patentblatt 2004/13

(51) Int Cl.7: **D01F 6/62**

(86) Internationale Anmeldenummer:

PCT/EP2000/006923

(21) Anmeldenummer: **00956217.4**

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:

(22) Anmeldetag: **20.07.2000**

WO 2001/007693 (01.02.2001 Gazette 2001/05)

(54) **POLYTRIMETHYLENTEREPHTHALAT-STAPELFASERN UND VERFAHREN ZU IHRER
HERSTELLUNG**

DISCONTINUOUS POLYTRIMETHYLENE TEREPHTHALATE FIBRES AND METHOD FOR
PRODUCING THE SAME

FIBRES DISCONTINUES DE POLYTRIMETHYLENE TEREPHTHALATE ET LEUR PROCÉDE DE
PRODUCTION

(84) Benannte Vertragsstaaten:

**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE**

(30) Priorität: **22.07.1999 DE 19934551**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:

29.05.2002 Patentblatt 2002/22

(73) Patentinhaber: **Zimmer Aktiengesellschaft**

60388 Frankfurt am Main (DE)

(72) Erfinder:

- **CORDES, Ingo**
D-63477 Maintal (DE)

- **KELLNER, Christian**
D-63477 Maintal (DE)

- **MIRWALDT, Ulrich**
D-63477 Maintal (DE)

- **WANDEL, Dietmar**
D-63456 Hanau (DE)

(56) Entgegenhaltungen:

WO-A-95/22650

GB-A- 1 254 826

- **PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1999, no.
12, 29. Oktober 1999 (1999-10-29) & JP 11 189938
A (TORAY IND INC), 13. Juli 1999 (1999-07-13)**

EP 1 208 252 B1

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents 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).

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft PTT-Stapelfasern [wobei PTT gleich Poly(trimethylterephthalat) ist] und ein Verfahren zu ihrer Herstellung durch einen zweistufigen Spinn- und Streckprozeß.

[0002] Stapelfasern aus Polyethylterephthalat und Schmelzspinnanlagen zu deren Herstellung sind bekannt (Fourné, Synthetische Fasern, Hanser Verlag [1995] Seiten 460 - 462). Aufgrund des unterschiedlichen Kristallisationsverhaltens sind diese Verfahren nicht ohne weiteres auf PTT übertragbar.

[0003] Es sind auch Verfahren zur Herstellung von PTT-Endlosfilamenten beschrieben. So erwähnt Journal of Polymer Science, Part A-1, Vol. 4, 1851-1857 (1966) u. a. PTT-Fasern. Die angegebenen hohen Verstreckverhältnisse weisen auf eine unwirtschaftlich niedrige Spinnengeschwindigkeit hin. Die aufgeführten Fasereigenschaften entsprechen nicht den heutigen Marktanforderungen.

[0004] EP 0 547 553 A1 beschreibt die Herstellung von Monofilamenten bei 20 m/min Spinnengeschwindigkeit und einer Produktionsgeschwindigkeit von 100 m/min.

[0005] EP 0 754 790 A2 beschreibt die Herstellung von textilen Filamenten u. a. aus PTT mittels auf hohe Temperaturen erhitzten Heizoberflächen als Streckhilfen. Konkrete Ausführungsbeispiele fehlen.

[0006] WO 99/11845 A1 beschreibt Fasern aus PTT, wobei eine Doppelbrechung von mindestens 0,030 erhalten wird. Die angeführten Kenndaten weisen niedrige Reißdehnungen von ≤ 90 % aus, die für die Weiterverarbeitung zu Stapelfasern kein genügend hohes Verstreckverhältnis ermöglichen und damit ungeeignet sind.

[0007] WO 99-27168 A1 offenbart ein Hochgeschwindigkeits-Spinnstreckverfahren zur Herstellung von PTT-Filamenten, die auf Garnwickel gespult werden. Hohe Durchsätze und Kabelablage zur Herstellung von Stapelfasern lassen sich daraus nicht herleiten.

[0008] CA 86:122866 zu JP 52-08124 A bezieht sich auf die Behandlung von PTT-Multifilamenten mit Heizeinrichtungen, wobei die anzuwendende Verstreckung von 33 % ungeeignet für die Stapelfaserherstellung ist.

[0009] CA 86:122865 zu JP 52-08123 A beschreibt die Anwendung einer an sich gewünschten hohen Verstreckung von 300 % bei der Herstellung von PTT-Fasern. Die dazu praktizierte Spinnengeschwindigkeit von 360 m/min ist allerdings so niedrig, daß die Wirtschaftlichkeit des Verfahrens in Frage gestellt wird.

[0010] CA 86:122856 zu JP52-05320 A beschreibt das Verspinnen von PTT, wobei das praktizierte Verstreckverhältnis auf unwirtschaftlich niedrige Spinnengeschwindigkeiten hinweist.

[0011] Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es PTT-Stapelfasern zur Verfügung zu stellen, wobei diese und die aus ihnen hergestellten Textilien und Heimtextilien, insbesondere Teppiche, im Vergleich zu konventionellen Fasern ein hohes Maß an Ästhetik und Gebrauchswertgüte sowie umweltschonende Färbbeeigenschaften aufweisen sollten. Die Herstellung dieser PTT Stapelfasern sollte in einem Zweistufenverfahren des Schmelzspinnens und Verstreckens erfolgen, welches eine höhere Wirtschaftlichkeit aufweist, als die zuvor genannten Verfahren für Endlosfilamente.

[0012] Die Lösung dieser Aufgabe erfolgt erfindungsgemäß durch PTT-Stapelfasern sowie ein Verfahren zur Herstellung von PTT-Stapelfasern mit einer Intrinsic Viskosität von mindestens 0,70 dl/g gemäß den Angaben der Patentansprüche.

[0013] Unter PTT ist hierbei ein Polyester mit mindestens 90 Mol-% Trimethylterephthalat-Einheiten zu verstehen. Als Comonomere eignen sich Isophthalsäure, 2,6-Naphthalindicarbonsäure, Ethylenglykol, Diethylenglykol, 1,4-Butandiol, 1,4-Cyclohexandimethanol. Bevorzugt ist Poly(trimethylterephthalat)-Homopolymer und besonders bevorzugt solches mit geringem Anteil an während des Herstellungsprozesses gebildeten, vom 1,3-Propandiol abgeleiteten Äthergruppen. Die Intrinsic Viskosität der PTT-Stapelfasern liegt im Bereich von 0,7 bis 1,3 dl/g und besonders bevorzugt bei 0,75 bis 1,15 dl/g.

[0014] Ausgegangen wird von PTT-Schmelze, die entweder direkt dem Polykondensationsreaktor der PTT-Herstellung entnommen wird oder durch Aufschmelzen von PTT-Granulat erhalten wird. Die Polymerschmelze kann übliche Zusatzstoffe, wie Farbstoffe, Mattierungsmittel, Stabilisatoren, Antistatika, Gleitmittel, Verzweigungsmittel, in Mengen von insgesamt 0 bis 5,0 Gew.-% enthalten bzw. die Zusatzstoffe können der Schmelze auf ihrem Weg bis zu den Spinnköpfen zugesetzt werden. Ausgeschlossen sind solche Zusatzstoffe, die Strukturkenndaten (z. B. Reißdehnung des Spinnfadens) merklich beeinflussen.

[0015] Erfindungsgemäß erfolgt die Herstellung von PTT-Stapelfasern, bevorzugt mit einem Titer von 0,8 bis 20 den, durch einen zweistufigen Spinn- und Streckprozeß, der folgende Schritte umfaßt:

1. Die PTT-Schmelze mit einem Polymerschmelzpunkt T_m wird dem Spinnsystem bei einer Schmelzetemperatur $T_s = T_m + k$ (°C) zugeführt, wobei $7 \leq k \leq 63$, vorzugsweise $23 \leq k \leq 41$. Hierbei erfolgt das Führen und Verteilen der Schmelze bis zu dem Spinnbalken in Doppelmantel-Produktleitungen, die mit flüssigem und/oder dampfförmigem Wärmeträgermedium im äußeren Mantel der Leitungen in einem Temperaturbereich von 234 bis 290 °C beheizt sind. Andere Beheizungsarten sind möglich. Die Wandscherraten der Schmelze im Leitungssystem betragen 2 bis 128 sec^{-1} , vorzugsweise 3,5 bis 16 sec^{-1} in den Rohrleitungen und 12 bis 128 sec^{-1} in statischen Mischelementen, die innerhalb gewisser Leitungsstücke installiert sind. Hierbei ist die Scherrate γ definiert durch

die Scherrate im Leerrohr mal dem Mischerfaktor m, wobei der Mischerfaktor eine charakteristische Kenngröße des Mischertyps ist und für Sulzer-SMXL-Typen etwa 3,5 - 4 beträgt. Die Scherrate γ in sec^{-1} berechnet sich gemäß

$$\gamma = \frac{4 \cdot 10^3 \cdot G}{\pi \cdot \delta \cdot R^3 \cdot 60} \cdot m$$

wobei

G = Fördermenge des Polymeren (g/min),
 δ = Nenndichte des Polymeren (g/cm^3),
 R = Leerrohrradius [mm].

Die mittlere Verweilzeit der Schmelze in der Produktleitung bis zum Eintritt in den Spinnbalken beträgt maximal 30 min, bevorzugt maximal 25 min. Vorzugsweise wird die Leitungstemperatur T_L innerhalb obiger Grenzen so eingestellt, daß sie im Bereich $T_L = T_s \pm 15^\circ\text{C}$ liegt. In der Produktleitung sind optional mindestens eine Boosterpumpe, mindestens ein Polymerfilter, mindestens ein Polymerwärmetauscher und mindestens eine Absperr- und Verteilerarmatur enthalten.

2. Die PTT-Schmelze wird im Spinnbalken mindestens einer Spinnpumpe zugeführt, mittels des durch die Pumpe aufgebauten Druckes und in einer durch Wahl der Drehzahl der Pumpe eingestellten konstanten Fördermenge mindestens einem Spinndüsenpaket zugeführt, innerhalb des Spinndüsenpaketes durch Verteilereinrichtungen, Filter- und Schermedien gedrückt und durch die Löcher der Spinndüsenplatte zu Schmelzefäden ausgesponnen. Die Düsenlöcher können rund oder in einer beliebig anderen Geometrie ausgeführt sein.

Das Spinndüsenpaket kann von unten in den Spinnbalken eingesetzt werden und eine zylinderförmige Geometrie aufweisen, wobei die Düsenlöcher in der Düsenplatte über eine ringförmige Fläche symmetrisch verteilt sind.

Die Düsenplatten besitzen eine Lochdichte von 0,3 bis 20 Loch/ cm^2 . Der Düsenlochmesser D wird als Funktion des Düsenlochdurchsatzes entsprechend

$$\sqrt[3]{\frac{F(\text{g/min})}{\zeta(\text{g/cm}^3) \cdot \pi \cdot 2}} \geq D(\text{mm}) \geq \sqrt[3]{\frac{F(\text{g/min})}{\zeta(\text{g/cm}^3) \cdot \pi \cdot 7}}$$

gewählt, wobei ζ die Dichte der Schmelze ist und für Homo-PTT gleich $1,11 \text{ g/cm}^3$ ist.

Die Fördermenge F pro Düsenloch, bezogen auf den Fasertiter, liegt im Bereich $F(\text{g/min})/\text{Titer}(\text{dtex}) = (0,14 \text{ bis } 0,66)$.

Die Verweilzeit der Schmelze im Düsenpaket beträgt maximal 4 min. Der Spinnverzug wird zwischen 1 : 30 und 1 : 160 gewählt und in bekannter Weise aus dem Verhältnis von Abzugsgeschwindigkeit zu Spritzgeschwindigkeit an den Düsenlöchern ermittelt.

Die Beheizung des Spinnbalkens wird in dem Bereich von $234 - 290^\circ\text{C}$ so gewählt, daß folgende Beziehung gilt: $T_B(^\circ\text{C}) = T_s + dT_w + 4/100 \cdot dp(\text{bar}) \pm 15$, wobei dT_w = Änderung der Schmelzetemperatur im Wärmetauscher, die positiv für Heizung und negativ für Kühlung angesetzt wird und gleich 0 ist bei Anlagen ohne Wärmetauscher, $dp(\text{bar})$ = Gesamtdruckverlust der Schmelze bis zum Austritt aus der Spinndüsenplatte.

3. Das Abkühlen der Schmelzefäden erfolgt mittels senkrecht zur Fadenaufrichtung einströmender turbulenzfreier Kühlluft einer Temperatur zwischen 5 und 25°C , vorzugsweise 8 bis 18°C . Die mittlere Ausströmgeschwindigkeit der Kühlluft aus dem Gleichrichter beträgt $0,5$ bis $2,0 \text{ m/sec}$. Die Anblaszonenlängen liegen zwischen 50 und 2000 mm , vorzugsweise 150 bis 600 mm bei zum Fadenlauf konzentrischen Kühlluftsystemen (Radialanablasung) und 500 bis 2000 mm bei Blasschächten mit Querstromanblasung, und besonders bevorzugt $150 - 300 \text{ mm}$ für Fasertiter $\leq 5 \text{ den/Filament}$ und 300 bis 600 mm für $12 - 20 \text{ den/Filament}$.

4. Die Präparierung der abgekühlten Spinnfäden erfolgt mit einer Öl-Wasser-Mischung. Es wird eine Wassermenge auf den Fäden zwischen 12 und $30 \text{ Gew.}\%$, vorzugsweise 18 bis 25% , eingestellt.

Unmittelbar oder kurz danach werden die Filamente einer Spinnposition zu einem Filamentbündel zusammengefaßt. Anschließend erfolgt die Vereinigung der Filamentbündel der einzelnen Positionen zu einem Spinn-

kabel bevorzugt an der Spinnwand. Der Abzug des Spinnkabels erfolgt bei Geschwindigkeiten im Bereich von 600 bis 2000 m/min mittels eines Abzugswerkes, gefolgt von der Ablage des Spinnkabels in einer Kanne.

5 Die Kannen werden zu einem Gatter in einem auf 15 °C bis 35 °C, vorzugsweise 20 °C bis 27 °C temperierten Gatterraum zusammengestellt und einer Faserstrecke zugeführt. Der Abzug der Spinnkabel aus den Kannen erfolgt über ein Einlaufwerk, wonach mindestens ein Gesamtkabel aus einzelnen Spinnkabeln mittels Riet formiert wird.

Die Gesamtkabel werden in mindestens einer Verstreckstufe verstreckt, wahlweise unter Zuführung von einer temperierten Öl-Wasser-Mischung. Dabei soll ein Temperaturbereich von 20 - 100 °C eingehalten werden. Das Verstreckverhältnis (VV) wird entsprechend der Spinnfadendehnung R_d so gewählt, daß $VV(\%) = 1 + \alpha \cdot R_d/100$, mit $\alpha = 0,25$ bis $0,75$, wobei kleinere α -Werte für starke Titer und größere α -Werte für kleinere Titer bevorzugt sind.

Anschließend erfolgt wahlweise, je nach angewandter Temperatur von maximal 210 °C, das Thermofixieren und Relaxieren in mindestens einer Stufe. Die Verstreckung, Thermofixierung und Relaxation erfolgen bei Geschwindigkeiten von 25 bis 400 m/min.

15 Die Auslaufgeschwindigkeit aus der Relaxzone beträgt bevorzugt mindestens 90 m/min, besonders bevorzugt 180 m/min bei Titern ≤ 5 dtex.

Das Abkühlen des Gesamtkabels unter die Glasatemperatur wird vorzugsweise mit einer Öl-Wasser-Mischung bzw. mit reinem Wasser durchgeführt.

20 6. Anschließend werden die Teilkabel zu mindestens einem Kabel zusammengelegt und je einer Stauchkammerkrauselmachine pro Kabel zugeführt. Optional erfolgt eine Nachavivage mit einer Öl-wasser-Mischung und/oder eine Bedämpfung des Kabels als Kräuselungshilfe. Das nachfolgende Trocknen des Kabels in mindestens einer Trocknerstufe erfolgt mit Verweilzeiten von 0,5 bis 10 min bei Temperaturen von 30 bis 200 °C, vorzugsweise 60 bis 165 °C. Das Schneiden des (der) erhaltenen Kabel auf eine Stapellänge von vorzugsweise zwischen 6 und 200 mm kann daran anschließen. Alternativ dazu gibt es die Möglichkeit, das (die) Kabel zu verpacken und später in einem ausgelagerten Arbeitsgang zu Stapelfasern zu verarbeiten.

Auf diese Weise werden PTT-Stapelfasern erhalten mit bei Stapelfasern bislang nicht gekannter neuer Kombination von Eigenschaften, die sich wie folgt darstellen: hohe permanente Elastizität und Bauschigkeit der Fasern, eine neue Kombination von hoher Viskosität in Zusammenwirken mit den durch das Kraft-Dehnungs-Diagramm beschriebenen mechanischen Kennwerten, von Modul-Werten und der thermischen Schrumpf-Stabilität, wobei die Anfärbung mit Dispersionsfarbstoffen ohne Zusatz von Carrier/Farbstoffaufziehhilfen möglich ist, und die Faser permanent fleckenabweisende Eigenschaften aufweist.

Charakteristisch für die erfindungsgemäßen PTT-Stapelfasern ist ein LASE-Wert bei 10 % Dehnung von 5 bis 12 cN/tex, ein Sekantenmodul bei einem Dehnungswert = Reißdehnung minus 45 % (jedoch mindestens 5 %) von weniger als 1,0 cN/tex pro 1 % Dehnungsänderung und eine Kräuselbeständigkeit von über 75 %. Diese Eigenschaftskombination führt zu einer im Vergleich zu konventionellen Fasern überaus erwünschten Ästhetik und Gebrauchswertgüte. Die Färbereigenschaften resultieren in einer erheblich besseren Umweltverträglichkeit des Nachverarbeitungsprozesses. Die Anwendungsbereiche sind in Textilien und Heimtextilien, insbesondere Teppichen zu sehen.

40 Die Erfindung wird nachfolgend an Hand von Beispielen näher erörtert, ohne die Erfindung auf diese Ausführungsbeispiele zu beschränken.

Beispiel 1:

45 **[0016]** PTT-Schnitzel mit einer I.V. von 0,93 dl/g, einem Schmelzpunkt $T_M = 227$ °C und einem Wassergehalt von 20 ppm wurden in einem Extruder zu einer Schmelze von 255 °C aufgeschmolzen, und diese Schmelze durch eine Produktleitung gleicher Temperatur in ein Spinnsystem gedrückt. In der Produktleitung waren drei Mischer Typ SMXL der Firma Sulzer/Schweiz installiert, wobei die Scherrate in den Mischern 28 sec^{-1} bei einem Polymerdurchsatz von 2500 g/min betrug. Der Leitungsdurchmesser war so gewählt, daß die Scherrate in der freien Leitung $7,9 \text{ sec}^{-1}$ betrug. Die mittlere Verweilzeit in der Produktleitung lag bei etwa 3 min.

[0017] Das Verspinnen der PTT-Schmelze erfolgte in einem Spinnsystem BN 100 der Firma Lurgi Zimmer AG mit Ringdüse und Radialabkühlachschacht. Die Lochdichte der Spinnösenplatte betrug $6,3 \text{ Loch/cm}^2$. Die Spinnbalkentemperatur war 256 °C, wobei der Gesamtdruckverlust der Schmelze bis zum Austritt aus der Spinnöse 140 bar betrug. Wärmetauscher waren nicht installiert. Die Verweilzeit im Düsenpaket ergab sich zu etwa 0,5 min.

55 **[0018]** Die aus der Düsenplatte austretenden Schmelzefäden wurden mittels radial von außen nach innen geführter Kühlluft in einer Menge von $1400 \text{ Nm}^3/\text{h}$ und mit einer Temperatur von 8 °C abgekühlt. Die verfestigten Spinnfäden wurden in einem Abstand von 850 mm von der Unterseite der Düsenplatte entfernt an einen Ringöler angelegt und mit einem Wasser-Öl-Gemisch beaufschlagt, so daß die Wassermenge auf den Spinnfäden etwa 25 Gew.-% betrug.

und ein sehr stabiler Fadenlauf resultierte. Die Spinnabzugsgeschwindigkeit betrug 900 m/min. Nach dem Abziehen wurden die Spinnfäden mittels eines Haspelwerkes in Form von Spinnkabeln in Spinnkannen abgelegt.

[0019] Das separate Verstrecken der Spinnkabel in einer Faserstrecke erfolgte in zwei Stufen. Anschließend wurden die Spinnkabel thermofixiert bei geringfügiger Relaxation, abgekühlt, gekräuselt, getrocknet und zu Stapelfasern geschnitten. Die Produktionsgeschwindigkeit in der Faserstrecke, entsprechend der Geschwindigkeit des Walzenwerkes am Auslauf aus der letzten Verstreckzone, betrug 100 m/min.

[0020] Weitere Verfahrens-Parameter und die textilen Kenndaten der Stapelfasern sind der Tabelle zu entnehmen. Anzumerken ist, daß der gemessene Spinttiter im Vergleich zum theoretischen Wert durch Unsicherheiten der Messung, Relaxation in der Kanne oder Wasser/Ölaufgabe um bis zu $\pm 5\%$ abweichen kann. Die Stapelfasern konnten ohne Zusatz von Carrier/Farbstoffaufziehhilfen mit Dispersionsfarbstoffen, wie Terasil Marineblau GRL/C von Ciba/CH bei 95 °C eingefärbt werden.

[0021] Die Intrinsic Viskositäten (I.V.) wurden an einer Lösung von 0,5 g PTT in 100 ml eines Gemisches aus Phenol und 1,2-Dichlorbenzol (3 : 2 Gewichtsteile) bei 25 °C gemessen.

[0022] Schmelzpunkt und Glaspunkt wurden mittels DSC bei einer Aufheizrate von 10 °C/min ermittelt, nachdem die Probe zuvor kurz aufgeschmolzen und sofort wieder abgeschreckt worden war.

[0023] Die Titer- und Kraft-Dehnungs-Eigenschaften der Fasern wurden mit dem Geräteset, Vibrotex und Vibrodyn, der Firma Lenzing/Österreich ermittelt. Die Einspannlänge betrug 20 mm, das Vorspanngewicht abhängig vom Titer 100 mg/dtex und die Prüfgeschwindigkeit 20 mm/min.

[0024] Die LASE-Werte (load at specific elongation) konnten durch Eingabe der Bezugsdehnungen direkt am Auswertegerät entnommen werden. Der Sekantenmodul wurde durch Anlegen einer Sekante bei dem Dehnungswert = (Reißdehnung minus 45 %), jedoch mindestens 5 %, ermittelt und die Steigung dieser Geraden in (cN/tex) in bezug auf 1 % Dehnungsänderung ausgewertet.

[0025] Der Heißluftschumpf wurde im Heizschrank bei einer Temperaturbehandlung von 180 °C über eine Verweilzeit von 20 min ohne Vorspannung der Faser ermittelt.

[0026] Die Kräuselbögen wurden visuell ausgezählt. Die Kräuselwerte wurden nach der Methode und mit dem Gerät Vibrotex von Lenzing/AT ermittelt.

Beispiel 2:

[0027] Entsprechend den Ausführungen des Beispiels 1, jedoch unter Berücksichtigung der in der Tabelle dargelegten Parameter, wurden Stapelfasern in Teppich-Qualität mit einem Titer von 17 dtex hergestellt und die Ergebnisse in der Tabelle angeführt.

[0028] Die Fasern zeichneten sich durch hervorragendes Bausch- und Kräuselungserholungsverhalten aus.

Tabelle

Beispiel Nr.		1	2
PTT-Schmelzpunkt T_m	°C	227	227
PTT-Glaspunkt	°C	46	46
PTT - I.V.	dl/g	0,93	0,93
Schmelzetemperatur T_s	°C	255	255
Leitungstemperatur T_L	°C	255	255
Scherrate Leitung	sec ⁻¹	7,9	7,9
Scherrate Mischer	sec ⁻¹	28	28
Temperaturänderung im Wärmetauscher	dT _w °C	0	0
Gesamtdruckverlust	dp(bar)	140	175
Spinnbalkentemperatur	°C	256	256
Lochdicke Düsenplatte	n/cm ²	6,3	1
Fördermenge pro Düsenloch	g/min	0,668	4,15
Spinnverzug	1:	77	12

EP 1 208 252 B1

Tabelle (fortgesetzt)

Beispiel Nr.		1	2
Anblaslänge	mm	200	300
Kühlluft-Temperatur	°C	8	8
Kühlluft-Menge	Nm³/h	1400	1500
mittlere Kühlluft-Geschwindigkeit	m/sec	1,5	1,1
Spinnpräparationskonzentration	%	0,5	0,5
Abzugsgeschwindigkeit	m/min	900	800
Faserstrecke-Einlaufgeschwindigkeit	m/min	32,8	19,2
1. Streckzone-Temperatur	°C	57	57
Streckzone-Verstreckverh.	1:	2,7	3,4
2. Streckzone-Temperatur	°C	70	80
Streckzone-Verstreckverh.	1:	1,13	1,15
Fixierzone-Temperatur	°C	90	100
Fixierzone-Relaxbetrag	1:	0,94	1,00
Auslaufgeschw.-Relaxzone	m/min	94	75
Trockner-Temperatur	°C	70	150
Trockner-Verweilzeit	min	2,5	2,5
Gesamtverstreckverhältnis	1:	3,05	3.91
Tatsächlicher Relaxbetrag der Faser	1:	0,90	0,74
Spinnfäden			
- Titer	dtex	7,87	50,6
- Reißfestigkeit	cN/tex	13,9	10,7
- Reißdehnung	%	314	613
- I.V.	dl/g	0,90	0,90
- Dichte	g/cm³	1,3207	1,3178
Stapelfasern			
- Titer	dtex	3,05	17,2
- CV-Titer	%	5	5,3
- Reißfestigkeit	cN/dtex	35,8	28,0
- Reißdehnung	%	54,9	72,4
- CV-Reißdehnung	%	9,2 .	12,1
- LASE (2 %)	cN/tex	3	2,5
- LASE (5 %)	cN/tex	6	5
- LASE (10 %)	cN/tex	7,9	7,2

Tabelle (fortgesetzt)

Beispiel Nr.		1	2
- Sekantenmodul (R_d -45 %)	cN/tex pro 1 %	0,5	0,32
- Anzahl Kräuselbögen	n/cm	11	13
- Kräuselwert	%	12	13
- Kräuselbeständigkeit	%	86	81
- Heißluftschumpf	%	16	3
- Schnittlänge	mm	38	150

[0029] Mit dem beschriebenen Verfahren lassen sich auch andere Titer, insbesondere feinere Titer wie Mikrofilamente von bis zu 0,8 den und weniger, herstellen. So kann durch Erniedrigung des Schmelzedurchsatzes durch die Spinn Düse oder Erhöhung der Düsenlochzahl bei konstant gehaltenem Durchsatz nach den dem Fachmann geläufigen Mitteln der Titer abgesenkt werden.

Patentansprüche

1. PTT-Stapelfasern, **dadurch gekennzeichnet, daß** sie eine Intrinsic Viskosität im Bereich von 0,70 - 1,3 dl/g, einen LASE (10 %) von 5 bis 12 cN/tex, einen Sekantenmodul (R_d -45 %) von < 1,0 cN/tex pro 1 %, eine Kräuselbeständigkeit von > 75 % aufweisen und ohne Zusatz von Carrier/Farbstoffaufziehhilfen mit Dispersionsfarbstoffen anfärbbar sind.

2. PTT-Stapelfasern gemäß Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, daß** sie eine Intrinsic Viskosität im Bereich von 0,75 bis 1,15 dl/g und einen Titer im Bereich von 0,8 bis 20 den aufweisen.

3. Verfahren zur Herstellung von PTT-Stapelfasern mit einer Intrinsic Viskosität von mindestens 0,70 dl/g durch einen zweistufigen Spinn- und Streckprozeß, **dadurch gekennzeichnet, daß**

a) eine PTT-Schmelze mit einer Temperatur T_s (°C) = $T_M + k$, wobei T_M die Schmelztemperatur des PTT und $7 \leq k \leq 63$ ist, durch eine mittels eines externen Wärmeträgermediums mit einer Temperatur T_L im Bereich von 234 bis 290 °C beheizte Produktleitung einem auf T_B 234 bis 290°C beheizten Spinnbalken mit in Strömungsrichtung mindestens je einer(m) Spinnpumpe, Spinn Düsenpaket und Düsenplatte mit einer Lochdichte von 0,3 bis 20 Loch/cm² zugeführt und durch die mindestens eine Düsenplatte zu Schmelzefäden versponnen wird, wobei die mittlere Verweilzeit der PTT-Schmelze in der Produktleitung weniger als 30 min und im Spinn Düsenpaket maximal 4 min und der Spinnverzug 1 : 30 bis 1 : 160 beträgt, und die Fördermenge F in g/min pro Düsenloch bezogen auf den Fasertiter in dtex im Bereich 0,14 bis 0,66 liegt,

b) die Schmelzefäden mit senkrecht zur Fadenlaufrichtung einströmender, turbulenzfreier Kühlluft von 5 bis 25 °C bei einer mittleren Luftaustrittsgeschwindigkeit von 0,5 bis 2,0 m/sec und einer Anblaszonenlänge von 50 bis 2000 mm abgekühlt werden, und die abgekühlten Fäden mit einer Wasser-Öl-Mischung so beaufschlagt werden, daß 12 bis 30 Gew.-% Wasser auf den Fäden verbleiben, und die Fäden zu Filamentbündeln zusammengefaßt werden, die ihrerseits zu Spinnkabeln vereinigt werden, welche mit einer Abzugsgeschwindigkeit im Bereich von 600 bis 2000 m/min abgezogen und in Kannen abgelegt werden,

c) die Spinnkabel aus den Kannen über ein Einlaufwerk und Riet abgezogen und einer Faserstrecke zugeführt werden, in der sie in mindestens einer Verstreckstufe bei 20 bis 100 °C verstreckt, wahlweise bei maximal 210 °C thermofixiert und relaxiert werden,

wobei die Produktionsgeschwindigkeit 25 bis 400 m/min beträgt, anschließend unter die Glasumwandlungstemperatur abgekühlt werden und nach Zusammenlegen zu mindestens einem Kabel in je einer Strauchkammerkräuselmachine pro Kabel gekräuselt werden, die Kabel wahlweise mit einer Öl-Wasser-Mischung nachpräpariert und danach bei 30 bis 200 °C innerhalb von 0,5 bis 10 min getrocknet und schließlich in einem direkt anschließenden oder separatem Arbeitsgang zu Stapelfasern geschnitten werden.

4. Verfahren nach Anspruch 3, **dadurch gekennzeichnet, daß** $T_L = T_s \pm 15^\circ\text{C}$ innerhalb des Bereiches von 234 bis 290 °C ist und die Wandscherrate der PTT-Schmelze in der Produktleitung 2 bis 128 sec⁻¹ beträgt.
5. Verfahren nach Anspruch 3 oder 4, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Produktleitung in Stufe a) wahlweise mindestens je ein(e) statisches Mischelement, Boosterpumpe, Polymerfilter, Polymerwärmetauscher, Absperr- und Verteilerarmatur einschließt, und die Wandscherrate der PTT-Schmelze in der freien Produktleitung 3,5 bis 16 sec⁻¹ und innerhalb eines statischen Mischelementes 12 bis 128 sec⁻¹ beträgt.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 3 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, daß** der Düsenlochdurchmesser D entsprechend

$$\sqrt[3]{\frac{F(\text{g/min})}{\zeta(\text{g/cm}^3) \cdot \pi \cdot 2}} \geq D(\text{mm}) \geq \sqrt[3]{\frac{F(\text{g/min})}{\zeta(\text{g/cm}^3) \cdot \pi \cdot 7}}$$

gewählt wird, und $T_B(^{\circ}\text{C}) = T_s + dT_w + 4/100 \cdot dp(\text{bar}) \pm 15$ ist, wobei ζ die Dichte der PTT-Schmelze, dT_w die Änderung der Schmelzetemperatur im Wärmetauscher, die positiv für Heizung und negativ für Kühlung angesetzt wird, und $dp(\text{bar})$ der Gesamtdruckverlust der Schmelze bis zum Austritt aus der Spinn Düsenplatte ist.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 3 bis 6, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Anblaszonenlänge 150 bis 600 mm bei Radialanblasung und 500 bis 2000 mm bei Querstromanblasung beträgt.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 3 bis 7, **dadurch gekennzeichnet, daß** das Verstreckverhältnis VV entsprechend $VV(\%) = 1 + \alpha \cdot R_d/100$ eingestellt wird, wobei R_d die Dehnung in % des Spinnfadens und $\alpha = 0,25$ bis 0,75 ist, und die Auslaufgeschwindigkeit aus der Relaxzone mindestens 90 m/min beträgt.

Claims

1. PTT staple fibres, **characterised in that** they have an intrinsic viscosity in the range from 0.70-1.3 dl/g, an LASE (10%) of from 5 to 12 cN/tex, a secant modulus (R_d -45%) of < 1.0 cN/tex per 1 % and a crimp stability of > 75% and can be dyed with disperse dyes without addition of carrier/dye absorption aids.
2. PTT staple fibres according to Claim 1, **characterised in that** they have an intrinsic viscosity in the range from 0.75 to 1.15 dl/g and a titre in the range from 0.8 to 20 den.
3. A process for the production of PTT staple fibres having an intrinsic viscosity of at least 0.70 dl/g by a two-stage spinning and stretching process, **characterised in that**

a) a PTT melt at a temperature $T_s(^{\circ}\text{C}) = T_M + k$, where T_M is the melting point of the PTT and $7 \leq k \leq 63$, is fed through a product line heated at a temperature T_L in the range from 234 to 290°C by means of an external heat transfer medium to a spinning beam heated at T_B 234 to 290°C having, in the flow direction, at least one spinning pump, spin pack and spinneret plate having a hole density of from 0.3 to 20 holes/cm², and is spun through the at least one spinneret plate to give melt strands, with the mean residence time of the PTT melt being less than 30 minutes in the product line and a maximum of 4 minutes in the spin pack, and the spinning draft being from 1 : 30 to 1 : 160, and the flow rate F in g/min per spinneret hole, based on the fibre titre in dtex, being in the range from 0.14 to 0.66,

b) the melt strands are cooled by means of turbulence-free cooling air at from 5 to 25°C flowing in perpendicularly to the strand running direction at a mean air exit speed of from 0.5 to 2.0 m/sec and a blow zone length of from 50 to 2000 mm, and the cooled strands are treated with a water/oil mixture in such a way that from 12 to 30% by weight of water remains on the strands, and the strands are gathered together to form filament bundles, which are themselves combined to form spun tows, which are taken off at a take-off speed in the range from 600 to 2000 m/min and deposited in cans,

c) the spun tows are taken off from the cans via a feed unit and comb and fed to a fibre drawing frame, in

which they are stretched in at least one stretching stage at from 20 to 100°C, optionally heat-set at a maximum of 210°C and relaxed, where the production speed is from 25 to 400 m/min, subsequently cooled to below the glass transition temperature and, after being combined to form at least one tow, crimped in one stuffer box crimping machine per tow, the tows are optionally post-treated with an oil/water mixture and then dried at from 30 to 200°C over the course of from 0.5 to 10 minutes and finally cut to give staple fibres in a directly subsequent or separate operation.

4. A process according to Claim 3, **characterised in that** $T_L = T_s \pm 15^\circ\text{C}$ is within the range from 234 to 290°C, and the wall shear rate of the PTT melt in the product line is from 2 to 128 sec^{-1} .
5. A process according to Claim 3 or 4, **characterised in that** the product line in stage a) optionally includes at least one static mixing element, booster pump, polymer filter, polymer heat exchanger and shut-off and distribution valve, and the wall shear rate of the PTT melt is from 3.5 to 16 sec^{-1} in the free product line and from 12 to 128 sec^{-1} in a static mixing element.
6. A process according to one of Claims 3 to 5, **characterised in that** the spinneret hole diameter D is selected in accordance with

$$\sqrt[2]{\frac{F(\text{g/min})}{\zeta(\text{g/cm}^3) \cdot \pi \cdot 2}} \geq D(\text{mm}) \geq \sqrt[2]{\frac{F(\text{g/min})}{\zeta(\text{g/cm}^3) \cdot \pi \cdot 7}}$$

and $T_B (^\circ\text{C}) = T_s + dT_w + 4/100 \cdot dp(\text{bar}) \pm 15$, where ζ is the density of the PTT melt, dT_w is the change in the melt temperature in the heat exchanger, which is set positive for heating and negative for cooling, and $dp(\text{bar})$ is the total pressure drop of the melt as far as the exit from the spinneret plate.

7. A process according to one of Claims 3 to 6, **characterised in that** the blow zone length is from 150 to 600 mm in the case of radial blowing and from 500 to 2000 mm in the case of cross-flow blowing.
8. A process according to one of Claims 3 to 7, **characterised in that** the stretching ratio SR is set corresponding to $\text{SR}(\%) = 1 + \alpha \cdot R_d/100$, where R_d is the elongation in % of the strand and $\alpha = 0.25$ to 0.75, and the discharge speed from the relaxation zone is at least 90 m/min.

Revendications

1. Fibres coupées de PTT, **caractérisées en ce qu'elles** ont une viscosité intrinsèque comprise dans la plage de 0,70 à 1,3 dl/g, une charge LASE (10 %) de 4 à 12 cN/tex, un module sécant (R_d -45 %) < 1,0 cN/tex par 1 %, une stabilité de frisure > 75 %, et qu'elles peuvent, sans addition de supports/auxiliaires de montée de colorant, être colorées par des colorants de dispersion.
2. Fibres coupées de PTT selon la revendication 1, **caractérisées en ce qu'elles** ont une viscosité intrinsèque comprise dans la plage de 0,75 à 1,15 dl/g et un titre compris dans la plage de 0,8 à 20 den.
3. Procédé de fabrication de fibres coupées de PTT, ayant une viscosité intrinsèque d'au moins 0,70 dl/g, par un procédé de filage et d'étirage en deux étapes, **caractérisé en ce que**

a) une masse fondue de PTT, à une température $T_s (^\circ\text{C}) = T_M + k$, où T_M est la température de fusion du PTT et $7 \leq k \leq 63$, est envoyée par une conduite de produit, chauffée à l'aide d'un caloporteur externe ayant une température T_L comprise dans la plage de 234 à 290°C, à un collecteur-répartiteur, chauffé à une température T_B de 234 à 290°C, avec, dans le sens de l'écoulement, au moins une pompe de filature, au moins un paquet de buses de filage et au moins une plaque de filière ayant une densité de trous de 0,3 à 20 trous/cm², et est filée, par la ou les plaques de filière, pour donner des fils fondus, le temps de séjour moyen de la masse fondue de PTT dans la conduite de produit étant inférieur à 30 min, et étant dans le paquet de buses de filage d'au plus de 4 min, l'étirage étant de 1:30 à 1:160, et le débit de refoulement F, en g/min, par trou de buse, et par rapport au titre des fibres en dtex, est compris dans la plage de 0,14 à 0,66,

b) les fils fondus sont refroidis avec de l'air de refroidissement exempt de turbulences, pénétrant perpendiculairement à la direction de passage des fils, à une température de 5 à 25°C, pour une vitesse moyenne de sortie de l'air de 0,5 à 2,0 m/s, la longueur de la zone d'insufflation étant de 50 à 2000 mm, et les fils refroidis sont mis en contact avec un mélange d'eau et d'huile de façon qu'il reste sur les fils 12 à 30 % en poids d'eau, et les fils sont réunis en faisceaux de filaments, qui pour leur part sont combinés pour donner des câbles de filature, qui sont renvidés à une vitesse de renvidage comprise dans la plage de 600 à 2000 m/min, et sont déposés dans des pots,

c) les câbles de filature sont retirés des pots en passant par un bloc d'entrée et un peigne, et sont envoyés à une zone de fabrication de fibres, dans laquelle ils sont étirés dans au moins un étage d'étirage à une température de 20 à 100°C, et éventuellement sont thermofixés à une température maximale de 210°C et sont relaxés, la vitesse de production étant de 25 à 400 m/min, puis ils sont refroidis en dessous de la température de transition vitreuse et, après avoir été réunis en au moins un câble, sont soumis à un frisage, dans une boîte de frisage à boîte de texturation par câble, les câbles sont éventuellement soumis à une post-préparation à l'aide d'un mélange d'huile et d'eau, puis, à une température de 30 à 200°C, sont séchés pendant 0,5 à 10 min, et finalement sont coupés, pour donner des fibres coupées, dans une passe effectuée immédiatement ensuite, ou distincte.

4. Procédé selon la revendication 3, **caractérisé en ce que** la température $T_L = T_s \pm 15^\circ\text{C}$ est comprise dans la plage de 234 à 290°C, et que la vitesse de cisaillement à la paroi de la masse fondue de PTT dans la conduite de produit est de 2 à 128 s⁻¹.

5. Procédé selon la revendication 3 ou 4, **caractérisé en ce que** la conduite de produit comporte, dans l'étape a), au moins l'un des éléments suivants : un élément mélangeur statique, une pompe surpresseur, un filtre à polymères, un échangeur de chaleur des polymères, une robinetterie d'arrêt et de répartition, et la vitesse de cisaillement à la paroi de la masse fondue de PTT dans la conduite de produit libre est de 3,5 à 16 s⁻¹, et est à l'intérieur d'un élément mélangeur statique de 12 à 128 s⁻¹.

6. Procédé selon l'une des revendications 3 à 5, **caractérisé en ce que** le diamètre D des trous de filière est choisi selon la relation suivante :

$$\sqrt[3]{\frac{F(\text{g/min})}{\zeta(\text{g/cm}^3) \cdot \pi \cdot 2}} \geq D(\text{mm}) \geq \sqrt[3]{\frac{F(\text{g/min})}{\zeta(\text{g/cm}^3) \cdot \pi \cdot 7}}$$

et $T_B(^{\circ}\text{C}) = T_s + dT_w + 4/100 \cdot dp(\text{bar}) \pm 15$, où ζ est la masse volumique de la masse fondue de PTT, dT_w est la variation de la température de fusion dans l'échangeur de chaleur, qui est prise positive pour un chauffage et négative pour un refroidissement, et $dp(\text{bar})$ représente la perte de charge totale de la masse fondue jusqu'à ce qu'elle sorte de la plaque de filière.

7. Procédé selon l'une des revendications 3 à 6, **caractérisé en ce que** la longueur de la zone d'insufflation est de 150 à 600 mm pour une insufflation radiale, et de 500 à 2000 mm pour une insufflation transversale.

8. Procédé selon l'une des revendications 3 à 7, **caractérisé en ce que** le taux d'étirage VV est ajusté selon l'équation $VV(\%) = 1 + \alpha \cdot R_d/100$, où R_d est l'allongement du fil de base, en %, et $\alpha = 0,25$ à 0,75, et la vitesse de sortie de la zone de relaxation est d'au moins 90 m/min.