



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) **DD** (11) **273 864 A1**4(51) **D 01 F 6/58**
D 01 F 1/02
C 08 J 3/20**AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN**

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	WP D 01 F / 262 115 8	(22)	19.04.84	(44)	29.11.89
(71)	VEB Chemiefaserwerk Guben „Herbert Warnke“, Straße der Chemiearbeiter, Wilhelm-Pieck-Stadt Guben, 7560, DD				
(72)	Schmalz, Ernst-Otto, Dr. Dipl.-Chem.; Ahlers, Klaus-Dieter, Dr. Dipl.-Chem.; Ræck, Regina, Dipl.-Chem., DD				
(54)	Verfahren zur Herstellung füllstoffhaltiger, multifiler, synthetischer Endlospäden				

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung füllstoffhaltiger, multifiler, synthetischer Endlospäden. Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren, das bei der Faserstoffherstellung angewendet wird. Das Ziel der Erfindung besteht in der Verhinderung von Füllstoffablagerungen in den Spinnösenpaketen. Aufgabe der Erfindung ist die Schaffung eines Verfahrens, das es durch eine veränderte Verfahrensführung ermöglicht, ein für die Herstellung multifiler Endlospäden geeignetes Polykondensat zu erhalten. Die erfindungsgemäße Lösung sieht ein Verfahren vor, bei dem eine einen Lösungsmittelgehalt von 25 bis 55% aufweisende aus anorganischen Partikeln mit einer Partikelgröße von mindestens 90% kleiner als 5 µm bestehende Paste mit 2 bis 40% des zu polykondensierenden Ausgangsstoffes separat vermischt und diese Mischung in einer Füllstoffkonzentration von 1 bis 20%, bezogen auf das Polykondensat, der restlichen zu polykondensierenden Ausgangsstoffmenge zugesetzt wird sowie das füllstoffhaltige Polykondensat über Spinnösen zu multifilen Endlospäden mit Elementarfadenzahlen bis zu 300 ausgesponnen wird.

Erfindungsanspruch

1. Verfahren zur Herstellung füllstoffhaltiger, multifiler, synthetischer Endlosfäden, insbesondere Polyamid- und Polyesterfäden, bei dem während der Polymerenherstellung anorganische, feinverteilte Substanzen, die im Polymeren unlöslich sind, zugesetzt werden, gekennzeichnet dadurch, daß eine einen Lösungsmittelgehalt von 25 bis 55 %, vorzugsweise 35 %, aufweisende aus anorganischen Partikeln mit einer Partikelgröße von mindestens 90 % kleiner als 5 μ m bestehende Paste mit 2 bis 40 %, vorzugsweise 10 %, des zu polykondensierenden Ausgangsstoffes separat vermischt und diese Mischung in einer Füllstoffkonzentration von 1 bis 20 %, vorzugsweise 5 %, bezogen auf das Polykondensat, der restlichen zu polykondensierenden Ausgangsstoffmenge zugesetzt wird sowie nach erfolgter Polykondensation der Ausgangsstoffmenge das füllstoffhaltige Polykondensat über Spinndüsen zu multifilen Endlosfäden mit Elementarfadenzahlen bis zu 300 ausgesponnen wird.

Titel der Erfindung

Verfahren zur Herstellung füllstoffhaltiger, multifiler, synthetischer Endlosfäden

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung füllstoffhaltiger, multifiler, synthetischer Endlosfäden, insbesondere Polyamid- und Polyesterfäden, das bei der Faserstoffherstellung angewendet wird.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Es ist bekannt, bei der Faserstoffherstellung während der Polykondensation den entstehenden Polymeren Zusatzstoffe zuzuordnen, um die Eigenschaften der daraus herzustellenden Fäden zu beeinflussen.

Ublich ist es beispielsweise, Polyamid- oder Polyethylenterephthalat-Faserstoffe mit anorganischen Weißpigmenten, beispielsweise Titandioxid, zu mattieren, um die Transparenz und den Glanz, die für unmattierte Fäden typisch sind, zu beseitigen. Die Dosierung dieser Zusatzstoffe erfolgt in sehr geringen Mengen.

- 2 -

Weiterhin ist bekannt, Polymeren größere Zusatzstoffmengen zuzugeben, um nicht nur die textilphysikalischen Parameter der Polymeren zu beeinflussen, sondern gleichzeitig und vorrangig durch die teilweise Substitution monomerer Ausgangsstoffe eine Kostensenkung zu erreichen. Die Zusatzstoffe wirken in diesem Fall als Füllstoffe und führen zur Veränderung der Struktur und der Eigenschaften von Polymeren.

Unter Füllstoffen soll bei vorliegender Erfindung die Zugabe von anorganischen Substanzen in Mengen von größer als 1 % verstanden werden.

Wie aus Veröffentlichungen entnehmbar ist, werden als Füllstoffe anorganische Substanzen wie Oxide, Karbonate, Sulfate, Hydroxide und Silikate der 2., 3. und 4. Hauptgruppe des Periodensystems eingesetzt. Auch organische Füllmaterialien sind bekannt.

Aus der Patentliteratur geht hervor, daß für die Einarbeitung von Füllstoffen in Polymere zum Zwecke der Herstellung von Formmassen, wie beispielsweise Spritz- und Stranggußartikel, eine Vielzahl von Lösungen offenbart wird.

Auch zur Herstellung füllstoffhaltiger Fäden sind Lösungen bekannt.

In der DE-OS 2063933 werden füllstoffhaltige Fäden oder Fasern und ein Verfahren zu ihrer Herstellung beansprucht. Als Füllstoffe werden fein verteilte nichtpolymere Stoffe wie Kreide, Aluminiumsalze, Siliziumverbindungen und Phosphorsalze vorgeschlagen. Der Füllstoffgehalt der Fäden liegt zwischen 6 und 75 %, vorzugsweise zwischen 11 und 60 %.

- 3 -

- 3 -

Die einen Titer von 3000 den und weniger aufweisenden füllstoffhaltigen Fäden werden durch innige Vermischung des Füllstoffes mit dem Polymer, im Beispiel 1 o. g. DE-OS wird pulverisiertes Kalziumkarbonat mit Polypropylen vermischt, hergestellt, wobei diese Mischung über einen Extruder mit Schlitzdüse zu einer Folie ausgepreßt wird. Die Folie wird anschließend mittels üblicher mechanischer Einrichtungen, beispielsweise Prägwalzen, fibrilliert und gereckt. Die auf diese Weise hergestellten Fäden sollen sich zu Seilen, Seilereiwaren, Papier, Synthesefasern und Betonbauteilen weiterverarbeiten lassen.

In der DE-AS 1669520 wird der Schutz für hohlraumfreie Monofile aus Polyhexamethylenadipamid beansprucht, die einen Füllstoffgehalt von 1 bis 10 % aufweisen. Als Füllstoffe werden Lithiumsalze, wie beispielsweise Lithiumchlorid, -bromid oder -jodid, eingesetzt.

Aus der Beschreibung o. g. DE-AS ist zu entnehmen, daß die Zugabe der Füllstoffe einmal durch Beschichten der Polyamid-Pellets mit Lithiumsalzkristallen und zum anderen durch Versetzen des Polymerisatansatzes mit Lithiumsalz erfolgt.

Die beschichteten Pellets oder die Polyamid-Lithiumsalzmasse werden anschließend extrudiert und über eine Düse, die gemäß Beispiel 1 eine Austrittsöffnung von 2,29 mm aufweist, zu einem monofilen Faden ausgesponnen.

Der erhaltene monofile Faden weist gemäß Beispiel 1 einen Durchmesser von 1,8 bis 1,9 mm auf.

Im Hinblick auf die Verwendungsfähigkeit der vorgeschlagenen Verfahren sind folgende Nachteile feststellbar:

Die dargelegten Lösungen sind mit der in der Synthesefaserindustrie üblichen Spinnentechnik nicht realisierbar. Sowohl beim konventionellen Spinnen als auch beim Schnellspinnen von Endlosfäden mit einer hohen Elementarfadenzahl tritt

- 4 -

- 4 -

eine Blockierung der Spinndüsenpakete durch Füllstoffe ein, die ein kontinuierliches Produktionsregime unmöglich macht.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht in der Verhinderung von Füllstoffablagerungen in den Spinndüsenpaketen sowie in der Beseitigung von Produktionsstörungen beim Erspinnen multifiler, füllstoffhaltiger Endlosfäden.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Herstellung füllstoffhaltiger, multifiler, synthetischer Endlosfäden zu schaffen, das es durch eine veränderte Verfahrensführung ermöglicht, ein für die Herstellung multifiler Endlosfäden geeignetes Polykondensat zu erhalten.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe durch ein Verfahren zur Herstellung füllstoffhaltiger, multifiler, synthetischer Endlosfäden, insbesondere Polyamid- und Polyesterfäden, gelöst, bei dem während der Polymerenherstellung anorganische fein verteilte Substanzen, die im Polymeren unlöslich sind, zugesetzt werden, welches dadurch charakterisiert ist, daß eine einen Lösungsmittelegehalt von 25 bis 55 %, vorzugsweise 35 %, aufweisende aus anorganischen Partikeln mit einer Partikelgröße von mindestens 90 % kleiner als $5\ \mu\text{m}$ bestehende Paste mit 2 bis 40 %, vorzugsweise 10 %, des zu polykondensierenden Ausgangsstoffes separat vermischt und diese Mischung in einer Füllstoffkonzentration von 1 bis 20 %, vorzugsweise 5 %, bezogen auf das Polykon-

- 5 -

- 5 -

densat, dem restlichen zu polykondensierenden Ausgangsstoffen zugesetzt wird sowie nach erfolgter Polykondensation der Ausgangsstoffmenge das füllstoffhaltige Polykondensat über Spinnndüsen zu multifilen Endlosfäden mit Elementarfadenzahlen bis zu 300 ausgesponnen wird. Überraschend wurde gefunden, daß Spinn Schwierigkeiten, hervorgerufen durch Füllstoffablagerungen in den Düsenpaketen, selbst bei Elementarfadenzahlen bis zu 300 nicht auftraten und ein stabiles Produktionsregime gewährleistet war.

Offensichtlich wird durch die erfindungsgemäßen Parameter, wie die Zusammensetzung der Füllstoffpaste und die Art ihrer Zugabe zu den Ausgangsstoffen der Polykondensationsreaktion eine derartig homogene Verteilung der Füllstoffe in der erfindungsgemäßen Konzentration im entstehenden Polymer erreicht, die weder den Polykondensationsablauf negativ beeinflusst, noch infolge nicht vorhandener Agglomerate zu Füllstoffablagerungen während des Spinnprozesses führt und die auch die textilphysikalischen Parameter der ersponnenen Seide nicht ungünstig beeinträchtigt.

Das nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellte Polykondensat weist Seidenqualität auf, worunter eine Qualität verstanden werden soll, die nicht nur die Erspinnung monofiler Fäden oder Drähte, sondern auch multifiler Syntheseseide mit einer sehr hohen Elementarfadenzahl möglich macht.

Hinsichtlich der textilphysikalischen Werte liegen die erfindungsgemäßen füllstoffhaltigen Fäden in den von den Nachverarbeitern geforderten bekannten Größenordnungen.

Gegenüber den bekannten Verfahren weist die erfindungsgemäße Lösung folgende Vorteile auf:

- 6 -

- 6 -

Das erfindungsgemäße Verfahren ist einfach und ohne festigungstechnischen Aufwand durchführbar.

Es ermöglicht die Herstellung eines füllstoffhaltigen Polykondensates, das sich in einem stabilen Spinnregime zu multifilen Syntheseseiden mit hoher Elementarfadenzahl ausspinnen läßt.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll an Ausführungsbeispielen nachstehend näher erläutert werden:

Beispiel 1:

Zur Vorbereitung eines technischen Versuches wurde Kaolin im wässrigen Medium auf eine maximale Korngröße von 10, μm klassiert, wobei mindestens 90 % eine Partikelgröße von kleiner als 5, μm aufwiesen, und die Suspension über eine Filtration zu einer Paste mit einem Feuchtegehalt von 35 % verdichtet.

7700 g dieser Paste werden anschließend in 15 kg flüssiges Kaprolaktam eingerührt. Inzwischen wurden in einen Autoklaven 80 kg flüssiges Kaprolaktam eingefüllt und 95 g Benzoesäure zur Regulierung der Kettenlänge zudosiert.

Dieser Lösung wird der mit der Paste separat vermischte Kaprolaktamanteil unter Rühren zugesetzt, danach der Autoklav verschlossen, mit Stickstoff gespült und bei einer Temperatur von 270 °C in einer Zeit von 20 Stunden die Polykondensation durchgeführt. Nach Beendigung der Polykondensationsreaktion erfolgt das Austragen des Polykondensates, seine Granulierung, Extraktion und Trocknung.

- 7 -

- 7 -

Das Granulat mit einer LV von 2,55 wird über Extruder zu multifiler Seide von 385 tex (128) ausgesponnen, die einen Füllstoffgehalt von 5 % aufweist.

Während des Spinnvorganges war kein Ansteigen des Spinn-druckes feststellbar, was darauf hinweist, daß ein Zu-setzen der Spinnsiehe und Düsenlochbohrungen durch Füll-stoffablagerungen nicht erfolgte, da Füllstoffagglomerate weder vorhanden waren noch sich während des Prozesses ge-bildet haben. Die ersponnene Seide wies eine Reißfestig-keit von 37,2 cN/tex und eine Reißdehnung von 32,1 % auf.

Beispiel 2:

In Vorbereitung eines Laborversuches wurde eine Fällung von $BaSO_4$ hergestellt und diese durch Filtration zu einer Paste mit einem Wassergehalt von 51 % verdichtet. 690 g dieser Paste wurde in eine Mischung aus 520 g Laktam und 150 g Wasser sorgfältig eingerührt. Im Laborautoklaven wurden inzwischen 780 g Laktam zusammen mit 49,2 g Aminokapron-säure und 2,03 g Benzoesäure aufgeschmolzen. Der Schmelze wurde die vorbereitete Füllstoffsuspension langsam zugege-ben und nach Verschließen des Laborautoklaven 8 h bei 280 °C polymerisiert. Das Polymerisat mit einer Lösungsviskosität von 2,22 wurde granuliert, extrahiert, getrocknet und auf einer Versuchsanlage zu Seide von 10 tex (10) versponnen. Die ersponnene Seide wies bei einem Füllstoffgehalt von 20 % eine Reißfestigkeit von 28,8 cN/tex und eine Reiß-dehnung von 39,6 % auf. Die Farbe der gereckten Seide war tiefweiß.

- 8 -