



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 698 26 862 T2** 2006.02.09

(12)

Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) **EP 0 994 978 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **698 26 862.8**

(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/US98/11740**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **98 928 918.6**

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 99/000543**

(86) PCT-Anmeldetag: **05.06.1998**

(87) Veröffentlichungstag
der PCT-Anmeldung: **07.01.1999**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **26.04.2000**

(97) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung beim EPA: **06.10.2004**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **09.02.2006**

(51) Int Cl.⁸: **D06M 15/53** (2006.01)

D06M 15/59 (2006.01)

D06M 15/227 (2006.01)

D06M 15/507 (2006.01)

D06M 15/513 (2006.01)

C03B 37/02 (2006.01)

C03C 17/32 (2006.01)

C03C 25/24 (2006.01)

C03C 25/26 (2006.01)

C03C 25/40 (2006.01)

(30) Unionspriorität:

885882 30.06.1997 US

(73) Patentinhaber:

Owens Corning, Toledo, Ohio, US

(74) Vertreter:

**Rummler, F., Dipl.-Ing.Univ., Pat.-Anw., 81669
München**

(84) Benannte Vertragsstaaten:

DE, ES, FR, GB, IT, NL

(72) Erfinder:

**ADZIMA, J., Leonard, Pickerington, US; SHIPP, L.,
David, Newark, US; WOODSIDE, B., Andrew,
Pickerington, US; MILLER, G., David,
Pickerington, US; BARRON, A, Catherine, Renton,
US**

(54) Bezeichnung: **NICHTWÄSSRIGE SCHLICHTEN FÜR GLASFASERN UND SPRITZGUSSFÄHIGE POLYMERE**

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).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung stellt eine nichtwässrige Schlichtezusammensetzung bereit, die bei der Herstellung von Glasfasern für die Verstärkung von Polymeren, beispielsweise von Nylon und Polypropylen, zu verwenden ist. Die Erfindung betrifft weiterhin eine nichtwässrige Schlichtezusammensetzung, die im Formungsprozess heiß direkt auf Glasfasern aufgebracht werden kann, um ein Roving mit mehr Schlichte bereitzustellen. Insbesondere ermöglicht die Schlichtezusammensetzung einen höheren Schlichtepegel in der Glasfaser, so dass es nunmehr einfacher für das Matrixharz ist, sich mit der Glasfaser zu verbinden. Darüber hinaus dient die Erfindung der Herstellung von Glasfasern enthaltenden Pellets aus thermoplastischem Harz mit einer weitaus höheren Geschwindigkeit und erheblich reduzierten Kosten. Insbesondere verbessert die Schlichte die Effizienz der Imprägnierung, wodurch der Beschichtungsprozess verbessert und er ein bevorzugtes Mittel zum Herstellen von Pellets wird. Darüber hinaus ermöglicht die Erfindung das Überziehen der geschichteten Glasfaser durch das zu verstärkende Polymer, wodurch die Notwendigkeit einer Extrusions- oder Pultrusionsverarbeitung, um die Glas/Polymer-Verbundstofffasern oder -pellets herzustellen, entfällt. Die Erfindung stellt auch ein Roving mit hoher Schlichtebeladung bereit, welches eine effizientere Verbindung von Glas und Thermoplasten mit einer gleichmäßigen Verteilung der Glasfasern innerhalb des Polymers ermöglicht.

[0002] Schlichtezusammensetzungen sind bestens bekannt und werden weithin bei der Herstellung von Glas- oder Kohlefasern verwendet, um deren Verarbeitungseigenschaften, beispielsweise Faserbündelkohäsion, Bündelung, Ausbreitbarkeit, Beständigkeit gegenüber der Bildung von Fussel, Faserglätte und -weichheit, Abriebbeständigkeit und die einfache und zerstörungsfreie Abwickelbarkeit von auf Spulen aufgewickelten Faserbündeln, zu verbessern. Schlichtezusammensetzungen beeinflussen auch die physikalischen Eigenschaften des Verbundstoffes, welcher die behandelten Fasern enthält.

[0003] Die Branche für verstärkte Kunststoffe bedient sich Glasfasern in verschiedenerlei Formen zum Verstärken von Polymermatrizen, um eine Vielfalt von Produkten herzustellen. Glasfasern werden in Form von kontinuierlichen oder geschnittenen Filamenten, Strängen und Rovings sowie als gewebte und nichtgewebte Textilstoffe, Netzware und Mull verwendet, um Polymere zu verstärken. Thermoplastische Polymermatrizen werden mit einer Vielfalt verschiedener Formen von Glasfasern verstärkt, was die Herstellung von Produkten wie Harzmatten, Feuchtpressmatten, Pultrusionsprodukten, Paneelprodukten, Faserspritzprodukten usw. zur Folge hat.

[0004] Die Produktion von Glasfasern für den Polymerverstärkungs-Markt umfasst das Herausziehen der Glasfasern aus Schmelzeströmen aus zerfaserbarem Glasmaterial von einer Düse oder einer ähnlichen Einrichtung, die mit einem Ofen verbunden ist, welcher geschmolzenes zerfaserbares Glasmaterial enthält. Die Glasfasern werden durch herkömmliche Mittel wie Spulmaschinen oder Hochdruckluftdüsen herausgezogen. Beim Prozess des Herstellens von Glasfasern wird, kurz nachdem sie als geschmolzene Ströme aus Glas herausgezogen werden, eine chemische Zusammensetzung auf diese aufgebracht. Vor der vorliegenden Erfindung war die chemische Zusammensetzung für gewöhnlich eine wässrige Lösungs-, Schaum- oder Gelzusammensetzung, die Filmbildner-Polymerstoffe, Kupplungsmittel oder Haftverbesserungsvorstrich, Schmierstoffe und mitunter Verarbeitungshilfsmittel enthielt. Diese chemische Zusammensetzung oder Schlichte ist erforderlich, um den Abrieb zwischen Filamenten der Glasfasern zu verzögern, wenn diese zu einem Bündel von Glasfasern oder zu Strängen zusammengefasst werden. Sie ist auch erforderlich, um die Glasfasern mit Polymermatrizen kompatibel zu machen, zu deren Verstärkung sie verwendet werden.

[0005] Nach dem Aufbringen der Schlichte werden die Fasern dann entweder in der Form einer Packung oder der Form geschnittener Stränge getrocknet, ehe sie zur Verstärkung verwendet werden.

[0006] Vor der vorliegenden Erfindung umfasste der nächste Schritt beim Verwenden von Glasfasern als Verstärkung für Formpolymere die Herstellung von entweder einem Kurzfaserverbundstoff oder einem Langfaserverbundstoff. Im Allgemeinen umfasste die Herstellung von Kurzfaserverbundstoffen das Mischen reiner Polymer-Pellets mit den geschnittenen Glasfasern, derart, dass die Glasfasern beim Extrudieren über das Polymer verteilt waren. Pultrusion wird verwendet, um Langfaserverbundstoffe herzustellen, wobei heißes, thermoplastisches Polymer durch das Glasroving gedrückt wird, um den Verbundstoff herzustellen. Dieses Verfahren zum Herstellen des Glas-Polymer-Verbundstoffes ist aufwändig und überaus langsam, vor allem auf Grund der hohen Viskosität von thermoplastischem Polymer.

[0007] Geschnittene Glasfasern werden gemeinhin als Verstärkungsmaterialien in thermoplastischen Artikeln verwendet. Typischerweise werden derartige Fasern durch Ziehen von geschmolzenem Glas zu Filamenten durch eine Düsen- oder Öffnungsplatte, Aufbringen einer Schlichtezusammensetzung, die Schmierstoffe,

Kupplungsmittel und filmbildende Bindemittelharze enthält, auf die Filamente, Zusammenfassen der Filamente zu Strängen, Schneiden der Faserstränge zu Segmenten von gewünschter Länge und Trocknen der Schlichtezusammensetzung gebildet. Diese geschnittenen Strangsegmente werden daraufhin mit einem polymerisierbaren Harz gemischt, und die Mischung wird einer Pressform- oder Spritzgießmaschine zugeführt, um zu glasfaserverstärkten Kunststoffartikeln geformt zu werden. Typischerweise werden die geschnittenen Stränge mit Pellets aus einem polymerisierbaren thermoplastischen Harz gemischt, und die Mischung wird einem Extruder zugeführt, in welchem das Harz geschmolzen und somit mit den geschnittenen Strängen vermischt wird, die Integrität der Glasfaserstränge wird zerstört und die Fasern werden über das geschmolzene Harz verteilt, die Faserlänge wird verringert und die Faser/Harz-Dispersion wird zu Pellets geformt. Diese Pellets werden dann der Formungsmaschine zugeführt und zu Formartikeln mit einer im Wesentlichen homogenen Durchmischung mit den Glasfasern geformt.

[0008] Bedauerlicherweise sind jedoch geschnittene Glasfasern, die mittels derartiger Prozesse hergestellt werden, für gewöhnlich sperrig und fließen nicht gut. Folglich ist es mitunter schwierig, derartige Fasern zu handhaben, und sie erwiesen sich in automatisierten Verarbeitungseinrichtungen gelegentlich als problematisch.

[0009] Die meisten Bemühungen hinsichtlich einer Verbesserung des Prozesses zielten auf eine Verdichtung der geschnittenen Stränge ab. Die Arbeiten galten einer Verbesserung der Fließfähigkeit der geschnittenen Stränge, was mutmaßlich den Einsatz von automatisierten Einrichtungen ermöglichen würde, um die mit thermoplastischen Harzen zu mischenden Glasfasern zu wiegen und zu transportieren.

[0010] Ein derartiges Verfahren wird in US-Patent Nr. 4,840,755 offenbart, wobei nasse geschnittene Stränge gewalzt werden, vorzugsweise auf einem Vibrationsträger, um die Stränge abzurunden und diese zu dichteren zylindrisch geformten Pellets zu verdichten. Zwar pflegen die offenbarten Verfahren dichtere, zylindrischer geformte Pellets, die eine bessere Fließfähigkeit aufweisen, bereitzustellen, jedoch sind die offenbarten Verfahren und Vorrichtungen in bestimmten Aspekten unerwünscht eingeschränkt. Beispielsweise sind die Pelletgröße und der Fasergehalt im Allgemeinen durch die Größe und Anzahl von Fasern in dem geschnittenen Strang eingeschränkt. Wenngleich getrennte Stränge oder lose Filamente wie bekanntgemacht während des Walzprozesses an anderen Strängen anhaften, ist der Prozess gestaltet, um zu vermeiden, dass mehrere geschnittene Strangsegmente aneinander anhaften, um Pellets zu bilden, welche mehr Fasern enthalten, als in einem einzigen geschnittenen Strang vorhanden sind. Folglich muss, um Pellets zu erhalten, die eine geeignete Schüttdichte und ein ausreichendes Verhältnis von Durchmesser zu Länge aufweisen, um eine gute Fließfähigkeit aufzuweisen, der Strang, von dem die Segmente geschnitten werden, für gewöhnlich aus einer großen Anzahl von Filamenten gebildet werden. Allerdings verkompliziert das Erhöhen der Anzahl von Filamenten, welche gebildet und zu einem einzigen Strang zusammengefasst werden müssen, den Formungsvorgang auf unerwünschte Weise.

[0011] Wenngleich die offenbarten Pellets durch derart unterschiedliche Mischverfahren hergestellt werden können, wurde festgestellt, dass viele der derartigen Verfahren entweder nicht ausreichend effizient sind, um kommerziell genutzt werden zu können, oder nicht hinlänglich gesteuert werden können, um ein einheitliches Pellet-Produkt zu erzeugen, welches den resultierenden Verbundstoffartikel mit Festigkeitseigenschaften bereitstellt, die mit jenen, welche aus nichtpelletisierten geschnittenen Strangfasern hergestellt werden, vergleichbar sind. Beispielsweise führt die Verwendung eines modifizierten Pelletiertellers, welcher im US-Patent Nr. 4,840,755 beschrieben wird, häufig zu einer übermäßigen Verweilzeit der geformten Pellets in dem Mischer, was eine Degradation der Pellets infolge des abreibenden Wesens von aneinander reibenden Glasfaserpellets zur Folge hat. Eine derartige Degradation von Pellets verringert letztlich die Festigkeitseigenschaften der damit hergestellten Formartikel.

[0012] Demzufolge besteht ein Bedarf an einer gänzlich neuen Lösung, bei welcher die Notwendigkeit einer Handhabung der geschnittenen Glasfasern vor dem Mischen mit dem Harz entfällt. Ein derartiger Bedarf wird durch das Verfahren und die Zusammensetzung der nachstehend beschriebenen Erfindung gedeckt.

[0013] Darüber hinaus war es bei den zuvor genannten Verfahren zum Verarbeiten von Fasern mit Schlichte erforderlich, Öfen in dem Prozess zu verwenden, um die behandelten Fasern zu trocknen. Wässrige Schlichten enthalten auch eine erhebliche Menge flüchtiger organischer Komponenten (VOCs). Im Bestreben, Umweltprobleme zu verhindern, hat die Branche Anstrengungen unternommen, Wege zu finden, um VOC-Pegel zu minimieren und dabei die physikalischen Eigenschaften der Fasern zu erhalten.

[0014] Die vorliegende Erfindung einer nichtwässrigen Schlichtezusammensetzung, die verwendet wird, um

vierkantige, kontinuierliche Roving-Packungen herzustellen, erfüllt überraschenderweise nicht nur die Umweltauflagen hinsichtlich VOCs und übertrifft diese noch, sondern senkt auch die Menge an erforderlicher Zeit wie auch die Gesamtkosten des Herstellens der behandelten Fasern erheblich durch das Wegfallen der Notwendigkeit von Trocknungsöfen und dem Abschälen von Packungsstreifen (für gewöhnlich auf übermäßige Schlichte-Migration zurückzuführen). Darüber hinaus stellt die vorliegende Erfindung eine Schlichtezusammensetzung bereit, welche, sobald sie auf eine Glasfaser aufgetragen wurde, ermöglicht, dass die Glasfaser direkt mit dem zu verstärkenden Polymermaterial überzogen wird. Dadurch wird der frühere Nachteil langer Fasern, die einen aufwändigen und langsamen Glasimprägnierprozess aufwiesen, überwunden. Insbesondere ermöglicht die hohe Schlichtebeladung, den Glasstrang während des Formungsprozesses gleichmäßig innerhalb des Polymers zu verteilen.

[0015] Gemäß der Erfindung wird eine nichtwässrige Schlichtezusammensetzung zum Aufbringen auf Glasverstärkungsfasern bereitgestellt, umfassend:

- (a) einen oder mehrere Filmbildner, die mit dem zu verstärkenden Polymer mischbar sind und die einen Schmelzpunkt von 30 bis 60°C und eine Viskosität von 75 bis 400 cPs bei 100°C aufweisen; und
- (b) 0,1 bis 5 Gewichts-% eines oder mehrerer Silan-Kupplungsmittel, wobei die Zusammensetzung einen Glühverlust von 2 bis 10% aufweist, wenn sie auf Glasfasern aufgebracht wird.

[0016] Gemäß der Erfindung wird auch ein Verfahren zum Herstellen einer Glasfaser enthaltenden Gussmasse bereitgestellt, umfassend folgende Schritte:

- (a) Bilden eines Glasfaserstranges;
- (b) Beschichten des Glasfaserstranges mit einer nichtwässrigen Schlichtezusammensetzung gemäß der oben beschriebenen Erfindung; und
- (c) Aufbringen eines Überzuges aus Polymerharz auf die Glasfaser, von der wenigstens ein Abschnitt ihrer Oberfläche mit dem getrockneten Rückstand der nichtwässrigen Schlichtezusammensetzung bedeckt ist.

[0017] Die vorliegende Erfindung stellt überraschenderweise eine nichtwässrige Schlichtezusammensetzung bereit, die einen LOI-Wert (Glühverlust) im Bereich von 2–10% aufweist. Vor der vorliegenden Erfindung war das Aufbringen eines Schlichtepegels in einem derartigen Bereich infolge von Weggeschleudertwerden von Schlichte, Migration, Packungsanhaft- und Trocknungsproblemen nicht realisierbar. Diese Erfindung sieht jedoch eine Schlichte vor, welche bei hohen Temperaturen direkt auf Glasfasern in der Faserformungsumgebung aufgebracht wird, was zu einer transportierbaren Roving-Packung in einem Schritt ohne Ofentrocknung, ohne Migration und ohne Abschälen von Streifen führt. Die Zusammensetzung der Schlichte ermöglicht die Herstellung eines Langfaser-Verbundstoffes. Insbesondere führt die Schlichtezusammensetzung der Erfindung zu einem Glas-Roving mit hoher Schlichtebeladung, welches in weiterer Folge mit hohen Geschwindigkeiten, möglicherweise bis zu 1000 ft/min., mit thermoplastischem Polymer überzogen werden und zu Pellets geschnitten werden kann.

[0018] Die nichtwässrige Schlichte der vorliegenden Erfindung umfasst einen oder mehrere Filmbildner, die mit dem zu verstärkenden Polymer mischbar sind, und ein oder mehrere Kupplungsmittel. Die Schlichte enthält kein Wasser und wird bei hohen Temperaturen aufgebracht.

[0019] Bei der nichtwässrigen Schlichte werden die Harze nicht emulgiert oder mit Lösemitteln gemischt, weshalb die VOCs erheblich reduziert sind. Darüber hinaus werden bei der vorliegenden Erfindung die Kupplungsmittel, oder insbesondere die Silane, nicht in Wasser gemischt; in manchen Fällen reduziert dies die Hydrolyse und kann dies die Freisetzung von VOCs in die Produktionsumgebung verringern.

[0020] Die vorliegende Erfindung stellt auch ein Verfahren für das nachgeschaltete Herstellen von Verbundstoffen bereit. Das Verfahren umfasst das Aufbringen der nichtwässrigen Schlichte mit dem nachfolgenden Überziehen der Glasfaser, welche dann gekühlt, geschnitten und versandt wird.

[0021] **Fig. 1** zeigt einen Pellet-Querschnittvergleich des überzogenen Langfaserverbundstoffes der vorliegenden Erfindung mit dem im Stand der Technik bekannten vollimprägnierten Glasfaserverbundstoff Celstran™ N66G50. Die Faser A zeigt ein Roving der vorliegenden Erfindung mit 4 Gewichts-% Schlichte, bezogen auf das Glas, und 2% Schlichte bezogen auf den gesamten Langfaser-Verbundstoff, der mit Nylon überzogen ist. Punkt **1A** stellt ein 4000-Filament-Bündel mit 4% Schlichte in dem Glas dar. Punkt **2A** stellt den Nylonüberzug als 48 Gewichts-% der gesamten Faser ausmachend dar. Faser B zeigt, dass ein Querschnitt eines Pellets aus Celstran™ N66G50-Langfaserverbundstoff homogen ist. Punkt **1B** ist ein 4000-Filamentbündel mit 0,5 Gewichts-% Schlichte auf dem Glas und 0,25 Gewichts-% Schlichte bezogen auf die gesamte Faser.

[0022] Die nichtwässrige Schlichtezusammensetzung der vorliegenden Erfindung setzt sich zusammen aus einem oder mehreren Filmbildnern und einem oder mehreren Kupplungsmitteln. Der Filmbildner sollte bei Raumtemperatur ein Feststoff sein und schmilzt im Bereich von 30–60°C und ist bei 100°C eine Flüssigkeit mit einer Viskosität von 75–400 cPs.

[0023] Das bevorzugte Kupplungsmittel sollte bei Raumtemperatur eine Flüssigkeit sein und einen Siedepunkt größer als 100°C aufweisen. Zu geeigneten Kupplungsmitteln zählen organofunktionelle Silane, 3-Glycidoxypropyltrimethoxy-Silan und 3-Methacryloxypropyltrimethoxy-Silan. Das bevorzugte Kupplungsmittel zur Verwendung bei der Erfindung ist 3-Aminopropyltriethoxy-Silan, das im Handel von OSi Specialties of Witco unter der Handelsbezeichnung A-1100 erhältlich ist. Vorzugsweise werden die organofunktionellen Silane in einer Menge von etwa 0,1 bis 5 Prozent der Schlichtezusammensetzung verwendet.

[0024] Zu Filmbildnern, die bei der Erfindung von Nutzen sind, zählen Filmbildner, die mit dem zu verstärken Polymer mischbar sind. Beispielsweise zählen im Fall von Nylon zu geeigneten Filmbildnern Polycaprolactone wie Tone 0310 und 0260, die von Union Carbide bezogen werden können. Zum Verstärken von Polypropylen zählen zu geeigneten Filmbildnern amorphe Wachse wie Vybar 260 und 825, die von Petrolite bezogen werden können.

[0025] Zusätzlich zu den erforderlichen Komponenten, die benötigt werden, um die Erfindung zuzubereiten, können auch andere Komponenten, die für gewöhnlich Glas- oder Kohlefaser-Schlichtezusammensetzungen zugegeben werden, vorhanden sein. Beispielsweise kann die Schlichtezusammensetzung der Erfindung anti-statische Mittel, Vernetzungsmittel oder Härter, Antioxidantien, kationische Schmierstoffe zum Reduzieren von fusseligen oder gebrochenen Filamenten, nichtionische Schmierstoffe oder kleine Mengen von Pigmentfarbstoff usw. enthalten. Ein Beispiel für ein Vernetzungsmittel wäre Bis-Silan.

[0026] Bei dem Verfahren der Erfindung wird ein Strang aus im Wesentlichen kontinuierlichen Glasfasern mittels herkömmlicher Methoden, beispielsweise des Ziehens von geschmolzenem Glas durch eine erhitzte Düse, um eine Vielzahl von im Wesentlichen kontinuierlichen Glasfasern zu bilden, und des Zusammenfassens der Fasern zu einem Strang, geformt. Jedwede im Stand der Technik bekannte Vorrichtung zum Herstellen derartiger Fasern und Zusammenfassen derselben zu einem Strang kann bei der vorliegenden Erfindung geeignet angewandt werden. Geeignete Fasern sind Fasern, die einen Durchmesser von etwa 10 bis 30 Mikrometer aufweisen, und geeignete Stränge enthalten etwa 50 bis 45000 Fasern. Vorzugsweise enthalten die Stränge, welche in dem Verfahren der Erfindung geformt werden, von etwa 4000 bis 5000 mit einem Durchmesser von etwa 17 bis 25 Mikrometer.

[0027] Die nichtwässrige Schlichtezusammensetzung kann durch jedwedes Verfahren, das einschlägig versierten Fachleuten bekannt ist, auf die Glas- oder Kohlefasern aufgebracht werden, beispielsweise während der Bildung der Glasfasern oder nachdem die Glasfasern auf eine ausreichende Temperatur abkühlten, um das Aufbringen der nichtwässrigen Schlichtezusammensetzung zuzulassen. Die nichtwässrige Schlichtezusammensetzung kann auf Glasfasern mittels Applikatoren, die Riemen, Walzen, Sprühapparate und Heißschmelzapplikatoren aufweisen, aufgebracht werden.

[0028] Vorzugsweise wird die Schlichtezusammensetzung mittels eines erhitzten Applikators aufgebracht, welcher in der Lage ist, kleine Mengen von Schlichte gleichmäßig auf einen kontinuierlichen Glasstrang aufzubringen oder diesem zuzudosieren. Stationäre und Doppelrollen-Applikatoren können allerdings verwendet werden, wobei die bevorzugten Applikatoren jedoch ein Schlichte-Applikator mit einem Rollenschlitz von 3/4" (1,9050 cm), ein Schlichte-Applikator mit einem Rollenschlitz von 3/8" (0,9525 cm), ein Doppelrollen-Applikator und ein Applikator mit einem mehrfach gespaltenen Schlitz sind. Der bevorzugteste ist ein Schlichte-Applikator mit einem Rollenschlitz von 3/4" (1,9050 cm).

[0029] Der Applikator mit einem Rollenschlitz von 3/4" (1,9050 cm) weist typischerweise einen Durchmesser von 3/4 Inch (1,9050 cm) an einer Grafit- oder Stahlrolle auf; der untere Block wird erhitzt. Dieser Applikator sieht einen Einfachdurchlauf-Schlichtefluss mit reduziertem Widerstand vor, verglichen mit einem Standardapplikator wie beispielsweise den für gewöhnlich im Stand der Technik verwendeten. Bei diesem Applikator besteht auch der Vorteil, dass die Rollendrehzahl über das Rädergetriebe und den Wechselrichterantrieb einstellbar ist. Darüber hinaus eignet er sich bestens für Viskositäten im Bereich von 50–400 cPs und bewältigt Zugaberraten im Bereich von 0,5 bis 8% oder mehr.

[0030] Ein Applikator mit einem Rollenschlitz von 3/8" (0,9525 cm) unterscheidet sich insofern, als der Rollendurchmesser 3/8" (0,9525 cm) beträgt und der untere Block erhitzt wird. Dieser Applikator sieht ebenfalls

einen Einfachdurchlauf-Schlichtefluss mit einem geringfügig niedrigeren Widerstand als bei einem 3/4" (1,9050 cm)-Rollenschlitz vor. Wie bei dem Applikator mit einem Rollenschlitz von 3/4" (1,9050 cm) ist die Rollendrehzahl über das Rädergetriebe und den Wechselrichterantrieb einstellbar. Darüber hinaus hat sich der Applikator für Viskositäten im Bereich von 50–400 cPs als zweckmäßig erwiesen, während er Zugaberraten von etwa 0,3 bis 3% oder mehr bewältigt.

[0031] Eine Vorrichtung wird zum Herstellen von geschlichteten Glasfasern bereitgestellt. Die Vorrichtung umfasst: eine erhitzte Düse zum Zuführen von Strömen aus geschmolzenem Glas, die zu kontinuierlichen Fasern zu ziehen sind; eine Einrichtung, die ausgebildet ist, um die Ströme zu den Fasern zu ziehen; und einen Schlichteapplikator. Der Schlichteapplikator umfasst ein Gehäuse und einen Rollenapplikator, der mit dem Gehäuse drehbar gekoppelt ist. Das Gehäuse weist eine Zufuhröffnung auf, die ausgebildet ist, um Schlichtezusammensetzung unter Druck von einer Schlichtezufuhrquelle entgegenzunehmen, einen Ausgangsschlitz und einen Durchgang, der sich von der Zufuhröffnung bis zu dem Ausgangsschlitz erstreckt. Der Durchgang nimmt Schlichtezusammensetzung von der Zufuhröffnung entgegen und führt die Schlichtezusammensetzung zu dem Ausgangsschlitz, derart, dass die Schlichtezusammensetzung aus dem Gehäuse austritt und an einer äußeren Oberfläche des Rollenapplikators entgegengenommen wird. Der Rollenapplikator ist von dem Gehäuse beabstandet, derart, dass das Gehäuse die Schlichtezusammensetzung, die auf dem Rollenapplikator entgegengenommen wurde, im Wesentlichen nicht berührt und die Dicke der Schlichtezusammensetzung, die auf dem Rollenapplikator entgegengenommen wurde, im Wesentlichen nicht verändert.

[0032] Der Rollenapplikator dreht sich vorzugsweise um eine mittige Achse, welche in einer im Allgemeinen horizontalen Ebene liegt. Der Ausgangsschlitz kann oberhalb der horizontalen Ebene positioniert sein, derart, dass die Schlichtezusammensetzung aus dem Gehäuse austritt und an der äußeren Oberfläche des Rollenapplikators oberhalb der horizontalen Ebene entgegengenommen wird.

[0033] Der Rollenapplikator umfasst weiterhin einen ersten und einen zweiten Endabschnitt. Bei einer Ausführungsform weist der erste Endabschnitt erste Spiralen oder Gewinde und der zweite Endabschnitt zweite Spiralen oder Gewinde auf. Die ersten und die zweiten Spiralen sind gegenläufig, um Schlichtezusammensetzung, welche den ersten und den zweiten Endabschnitt berührt, einwärts umzuleiten, wenn sich der Rollenapplikator dreht. Vorzugsweise weist der Durchgang eine Querschnittfläche auf, welche im Allgemeinen von der Zufuhröffnung bis zu dem Ausgangsschlitz konstant ist.

[0034] Die Vorrichtung umfasst weiterhin eine Antriebsvorrichtung zum Ausführen einer Drehung des Rollenapplikators. Die Antriebsvorrichtung umfasst eine Motorbaugruppe und eine Kupplungsbaugruppe. Die Motorbaugruppe umfasst einen Motor, der eine Ausgangswelle und eine Antriebsscheibe, die mit der Ausgangswelle gekoppelt ist, um sich mit der Ausgangswelle zu drehen, aufweist. Die Kupplungsbaugruppe umfasst: ein Kupplungsgehäuse; eine erste Welle, die drehbar in dem Gehäuse angebracht ist und eine innere Bohrung umfasst; eine zweite Welle, die in der Bohrung angeordnet ist und einen ringförmigen Schulter und einen distalen Endabschnitt umfasst, der ausgebildet ist, um mit dem Rollenapplikator in Eingriff zu gelangen, derart, dass eine Drehung der zweiten Welle eine Drehung des Rollenapplikators bewirkt; eine Feder, die in der Bohrung angeordnet ist und mit der ringförmigen Schulter der zweiten Welle in Eingriff steht; eine Federfesthalteeinrichtung, welche an der ersten Welle befestigt ist, um sich mit der ersten Welle zu drehen, und welche mit der Feder in Eingriff steht und diese in der Bohrung festhält; und einen Riemen, der um die Antriebsscheibe und einen Abschnitt der ersten Welle angeordnet ist, derart, dass eine Drehung der Antriebsscheibe eine Drehung der ersten Welle bewirkt. Die Feder bewirkt eine Drehung der zweiten Welle bei einer Drehung der ersten Welle. Der Abschnitt der ersten Welle kann eine Antriebsscheibe umfassen, die an der ersten Welle angebracht ist.

[0035] Der distale Endabschnitt der zweiten Welle umfasst vorzugsweise einen Stift, welcher sich im Allgemeinen quer zu einer mittigen Achse der zweiten Welle erstreckt. Der Stift ist ausgebildet, um mit einer stiftaufnehmenden Kerbe, die in dem Rollenapplikator vorgesehen ist, in Eingriff zu gelangen.

[0036] Gemäß einem zweiten Aspekt der bevorzugten Vorrichtung wird ein Schlichte-Applikator zum Aufbringen eines Überzugs aus Schlichtezusammensetzung auf Glasfasern bereitgestellt. Der Applikator umfasst ein Gehäuse und einen Rollenapplikator, der mit dem Gehäuse drehbar gekoppelt ist. Das Gehäuse weist eine Zufuhröffnung auf, die ausgebildet ist, um Schlichtezusammensetzung von einer Schlichtezufuhrquelle entgegenzunehmen, einen Ausgangsschlitz und einen Durchgang, der sich von der Zufuhröffnung bis zu dem Ausgangsschlitz erstreckt. Der Durchgang nimmt Schlichtezusammensetzung von der Zufuhröffnung entgegen und führt die Schlichtezusammensetzung zu dem Ausgangsschlitz, derart, dass die Schlichtezusammensetzung aus dem Gehäuse austritt und an einer äußeren Oberfläche des Rollenapplikators entgegengenommen wird. Der Rollenapplikator ist von dem Gehäuse beabstandet, derart, dass das Gehäuse die Schlichtezusam-

mensetzungsdicke der Schlichtezusammensetzung, die auf dem Rollenapplikator entgegengenommen wurde, im Wesentlichen nicht verändert.

[0037] Gemäß einem dritten Aspekt der bevorzugten Vorrichtung wird ein Schlichte-Applikator zum Aufbringen eines Überzugs aus Schlichtezusammensetzung auf Glasfasern bereitgestellt. Der Schlichte-Applikator umfasst ein Gehäuse und einen Rollenapplikator, der mit dem Gehäuse drehbar gekoppelt ist. Das Gehäuse weist eine Zufuhröffnung auf, die ausgebildet ist, um Schlichtezusammensetzung von einer Schlichtezufuhrquelle entgegenzunehmen, einen Ausgangsschlitz und einen Durchgang, der sich von der Zufuhröffnung bis zu dem Ausgangsschlitz erstreckt. Der Durchgang nimmt Schlichtezusammensetzung von der Zufuhröffnung entgegen und führt die Schlichtezusammensetzung zu dem Ausgangsschlitz, derart, dass die Schlichtezusammensetzung aus dem Gehäuse austritt und an einer äußeren Oberfläche des Rollenapplikators entgegengenommen wird. Der Rollenapplikator ist von dem Gehäuse beabstandet, derart, dass das Gehäuse die Schlichtezusammensetzung, die auf dem Rollenapplikator entgegengenommen wurde, im Wesentlichen nicht berührt.

[0038] Ein Doppelrollen-Applikator ist von Nutzen, wenn Schichten mit Viskositäten im Bereich von 1–200 cPs zu handhaben sind, wobei Zugaberraten im Bereich 1–15% benötigt werden. Diese Art von Applikator ermöglicht eine genaue Regelung der Filmdicke.

[0039] Die Schlichte wird mittels eines erhitzten Applikators aufgebracht, der in der Lage ist, kleine Mengen von 3–225 gm/min von Schlichte gleichmäßig verteilt auf einen Glasstrang aufzubringen oder aufzudosieren. Vorzugsweise weist das Applikatorsystem einen Durchmesser von 1/4" (0,6350 cm) bis 1" (2,54 cm) auf und wird über eine Zenith-Pumpe der H-Serie gespeist.

[0040] Die nichtwässrige Schlichte der vorliegenden Erfindung kann bei Temperaturen von 30°C bis 150°C aufgebracht werden. Vorzugsweise wird die Schlichte im Bereich von 80°C bis 110°C aufgebracht. Bei einer besonders bevorzugten Ausführungsform wird die Schlichte bei 100 Grad Celsius aufgebracht.

[0041] Die Schlichte kann mit Viskositäten von 75 bis 400 cPS aufgebracht werden. Vorzugsweise wird die Schlichte im Bereich von 100 bis 250 aufgebracht. Bei einer besonders bevorzugten Ausführungsform wird die nichtwässrige Schlichte mit einer Viskosität von etwa 200 cPs aufgebracht.

[0042] Eine weitere bedeutende Variable ist die Menge an Schlichte, die auf das Glas aufzubringen ist. Bei herkömmlichen geschnittenen Strängen beträgt der LOI in Gewichts-% der Schlichte auf der Glas- oder Kohlefaser 1% oder weniger, wobei bei Kurzfaserverbundstoffen dieser Wert für gewöhnlich etwa 0,5% bis 1% Schlichte beträgt. Demnach ist der Einfluss der Schlichte auf die Matrix relativ klein. Im Gegensatz dazu weist die Schlichte der vorliegenden Erfindung eine Schlichtemenge im Bereich von 2–10% auf. Infolgedessen wird die Funktion der Schlichte ausgeweitet, derart, dass sie nicht nur eine gute Haftung vorsieht und Schutz und gute Verarbeitungseigenschaften bietet, sondern auch eine erhebliche Komponente der Matrix wird. Insbesondere ermöglicht es für die vorliegende Erfindung die große Menge an Schlichte auf dem Glas, das sich die überzogene Glasfaser während des Formungsprozesses gleichmäßig im thermoplastischen Polymer verteilt.

[0043] Ein Verfahren zum Bestimmen des zu verwendenden LOI ist, Schlichte in einer Menge aufzubringen, die ausreicht, um die Zwischenräume des Glasstranges im Wesentlichen auszufüllen. Dies erfordert eine Bestimmung und Messung der Zwischenräume. Die Berechnung bedient sich der Dichte des Glasfilaments und der Dichte der Schlichte. Die Formel lautet wie folgt:

Fläche eines Sechsecks, welches einen Kreis mit dem Radius $r = N \cdot r \cdot \tan(\pi/6)$ umschreibt.

Angenommen: $r = 1 \text{ cm}$

Fläche des Sechsecks (Glas plus Schlichte) = $3,4641 \text{ cm}^2$

Fläche des Kreises (Glas) = $\pi \text{ cm}^2$

Fläche der Schlichte = $3,4641 - \pi = 0,3225 \text{ cm}^2$

Volumen von jedem (angenommen: Höhe = 1 cm)

Schlichte = $0,3225 \text{ cm}^3$

Glas = $\pi \text{ cm}^3$

Gewicht der Schlichte = $(1 \text{ g/cm}^3)(0,3225 \text{ cm}^3) = 0,3225 \text{ g}$

Gewicht von Glas = $(2,53 \text{ g/cm}^3)(\pi \text{ cm}^3) = 7,948 \text{ g}$

Gesamtgewicht von Schlichte und Glas = $8,2707 \text{ g}$

Gewichtsprozent der Schlichte = $3,9\%$

[0044] Die Schlichte kann in Mengen im Bereich von 2–10% aufgebracht werden. Vorzugsweise wird die Schlichte im Bereich von 2 bis 5 aufgebracht. Bei einer besonders bevorzugten Ausführungsform wird die

Schlichte auf eine Glasfaser zur Verstärkung von Nylon mit einem LOI von 3,0 bis 4,0% aufgebracht, wobei ein LOI von 3,5% am meisten bevorzugt wird. Bei einer besonders bevorzugten Ausführungsform wird die Schlichte auf eine Glasfaser zur Verstärkung von gekoppeltem Polypropylen mit einem LOI von 2 bis 5% aufgebracht, wobei ein LOI von 3,5% am meisten bevorzugt wird. Wie jedoch aus der vorangehenden Besprechung und Formel zu ersehen ist, ist der bevorzugte LOI je nach Glasfilamentdichte und Schlichtedichte unterschiedlich. Beispielsweise weist ein 23-Mikrometer-Filament einen bevorzugten LOI von etwa 3,5% auf; dagegen weist ein 20-Mikrometer-Filament einen bevorzugten LOI von etwa 4,1% auf; ein 16-Mikrometer-Filament weist einen bevorzugten LOI von etwa 5,0% auf; und ein 13-Mikrometer-Filament weist einen bevorzugten LOI von etwa 6,2% auf. Demnach ist umso mehr Schlichte erforderlich, je mehr Oberfläche je Gramm Glas vorliegt.

[0045] Ein anderer Aspekt der Schlichtechemie ist das Erfordernis, dass die Materialien in der Lage sein müssen, dem Beschichtungsprozess standzuhalten, ohne eine Degradation zu erfahren. Es besteht eine Möglichkeit, dass die Schlichte an Masse zu verlieren beginnt, wenn sie Temperaturen ausgesetzt wird, die in Beschichtungs- und Spritzgießprozessen verwendet werden. Demnach muss die Schlichtechemie in der Lage sein, den Temperaturen, die in diesen Arbeitsgängen anzutreffen sind, von bis zu 250–600 Grad Fahrenheit und 120–315 Grad Celsius, den Prozesstemperaturen für das Beschichten und das Spritzgießen, standzuhalten.

[0046] Demnach wird eine nichtwässrige Schlichtezusammensetzung zur Behandlung von Glasfasern bereitgestellt, umfassend: einen oder mehrere Filmbildner, die mit dem zu verstärkenden Polymer mischbar sind oder die zum Beschichten verwendet werden, und ein oder mehrere Kupplungsmittel. Der Filmbildner kann jedweder Filmbildner sein, der ein ausreichendes Molekulargewicht aufweist, um einen Schmelzpunkt von 30–60°C aufzuweisen, einen Viskositätsbereich von 75–400 cPs bei 100°C aufweist und mit der thermoplastischen Matrix kompatibel ist. Beispielsweise würde ein Filmbildner wie etwa Polycaprolacton verwendet werden, um mit einer Gussmasse, beispielsweise Nylon 66, mischbar zu sein. Die Kupplungsmittel können jedwede sein, die mit den gewählten Filmbildnern kompatibel sind. Beispielsweise wären Kupplungsmittel, die mit Polycaprolacton-Filmbildnern kompatibel sind, verschiedene Amin-funktionelle Silane.

[0047] Kupplungsmittel, die für die nichtwässrige Schlichtezusammensetzung geeignet sind, weisen im Allgemeinen Ethoxyhydrolysierbare Gruppen oder Silicium auf, da jene, die eine Methoxy-Gruppe aufweisen, mehr Gefahrenstoffe abgeben, wenn sie hydrolysiert werden. Darüber hinaus werden Kupplungsmittel gewählt, um jegliche erheblichen chemischen Nebenreaktionen zu vermeiden.

[0048] Nach dem Aufbringen der Schlichte wird die Glasfaser dann zu der Verbindung gemacht, durch Überziehen des kontinuierlichen Roving in einem Anlagenverbund oder unabhängig mit Polymer. Der resultierende Glasfaser-Verbundstoff wird dann in Pellets geschnitten und zu dem Formungsbetrieb versandt.

[0049] Das Überziehen erfolgt durch Hindurchführen von kontinuierlichem Roving durch ein Beschichtungsformwerkzeug. Das Formwerkzeug ist an einem Extruder befestigt, der geschmolzenes thermoplastisches Polymer durch eine Öffnung zuführt, die senkrecht zu der Richtung des Rovings durch das Formwerkzeug verläuft. Die Wirkung des Thermoplastes besteht darin, das Roving, bei dem es sich um den zu überziehenden "Draht" handelt, im Grunde genommen einzukapseln. Die Geschwindigkeit, mit welcher das Roving gezogen wird, und die Vorschubgeschwindigkeit des Extruders bestimmen die Menge an Thermoplast, welches das Roving umgibt. Auch die Größe des Ausgangsloches des Formwerkzeuges bestimmt die Menge von Thermoplast, welches das Roving umgibt. Eine weitere bedeutende Variable ist die Viskosität des Thermoplastes, welche über die Temperatur geregelt wird.

[0050] Vor dem tatsächlichen Überziehen der Glasfaser, in einem System, in dem das Glas mit Polypropylen überzogen wird, werden die Polypropylen-Pellets mit einem Polypropylenzusatzstoff, der maleinierte reaktionsfähige Gruppen aufweist, die geeignet sind, die Bindung des Polypropylen an das Glas zu unterstützen, handgemischt. Ein bevorzugter Zusatzstoff ist Polybond (PB-3001), bezogen von UniRoyal Chemical. Der Zusatzstoff wird mit dem Polypropylen von Hand gemischt, in einer Menge von etwa 2 bis 15% und vorzugsweise von 10%.

[0051] Nachdem er geformt wurde, wird der Strang in Längen von etwa 1/8 Inch (0,03175 cm) bis 1¼ Inch (3,1750 cm) geschnitten. Jedes beliebige geeignete, im Stand der Technik bekannte Mittel zum Schneiden von Glasfaser-Polymer-Strängen in derartige Längen kann in dem Prozess verwendet werden. Zu geeigneten Faserschneidvorrichtungen zählt Conair-Jetro, Modell #204T 90060, Bay City, Michigan.

Beispiel I

Nichtwässrige Schlichte für Nylon-Glasfaser-Verbundstoffe

[0052] Die Schlichteformel lautet wie nachstehend dargestellt (als N1 bezeichnet):

	tatsächlich verwendete Menge
R-5762 (Polyesteralkyd)	49,5%
TONE 0260 (Polycaprolacton)	49,5%
A-1100 (Silan auf Aminbasis)	1,0%
	100%

[0053] Das Polyesteralkyd R-5762 wurde wie folgt hergestellt:

Tabelle 1

R-5762 – Charakterisierung von Polyesteralkyd

Ausgangsstoffe

1. propoxyliertes Bis-Phenol A
2. Maleinsäureanhydrid

Zusammensetzung von R-5762-Polyester

Monomere im Polyester

1. Maleinsäure 0,4 Gew.-%
2. Fumarsäure 0,04 Gew.-%
3. propoxyliertes Bis-Phenol A 34,3 Gew.-%

	RI-Detektor	UV-Detektor
Molekulargewicht-Zahlenmittel, M_n	550	510
massegemittelte Molekülmasse, M_w	620	600
Z-gemittelte Molekülmasse, M_z	750	710
Polydispersität, d	1,13	1,17

VOC, % 0,74

Säurezahl 60,3

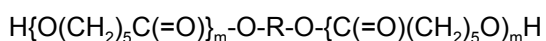
Visk., ICI, cp 140

[0054] Der Wassergehalt in Gewichtsprozent beträgt: 0,01–0,06%.

[0055] Der Flammpunkt ist: größer als 400°F (204,4444°C). Die Viskosität bei 25°C beträgt 3.200.000. Die Schlichteformulierung ist ein Feststoff bei 25°C und weist folgende Temperatur-Viskositäts-Beziehung auf.

Temperatur in °C	Viskosität, CPS
75	660
100	260
125	120
150	60

[0056] TONE 0260 (Polycaprolacton) wurde von Union Carbide bezogen und weist folgende Formel auf:



TONE 0260, chemische Formel

[0057] Tabelle 2 gibt seine Eigenschaften an.

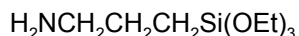
Tabelle 2

TONE 0260

Molekulargewicht	3000	Säurezahl mg KOH/g	0,09
Schmelzpunkt°C	50-60	Viskosität, 55C, cPs	1500
Hydroxylzahl mg KOH/g	37	VOC, %	0,29

[0058] Das A-1100-Silan wurde von OSi Specialities bezogen und weist folgende Formel und Eigenschaften auf:

gamma-Aminopropyltriethoxysilan



Molekulargewicht 221,4

Relative Dichte 0,946

klare Flüssigkeit

[0059] Die Schlichte wurde in einem Eimer erhitzt und zu einem geeigneten Applikator, einem vom Doppelrollentyp, gepumpt.

[0060] Die Glasfasern wurden herausgezogen und es wurde ihnen gestattet, mit dem Applikator in Kontakt zu kommen; und die Schlichte, auf etwa 115°C, wurde dann zu dem Glas transferiert. Die Fasern wurden an dem primären Schuh zusammengefasst und auf eine Hülse aufgewickelt, wodurch eine vierkantige Packung hergestellt wurde. Dann ließ man die Packung auskühlen. Danach wurde sie überzogen und zu Pellets geschnitten, zur schließlichen Verwendung in Spritzgussanwendungen.

Tabelle 3

N1-LANGFASER-NYLONSCHLICHTEN

ABSCHNITT 1 – EINKAUFSSPEZIFIKATION UND NFPA-SICHERHEITSBEWERTUNGEN

MATERIAL	NFPA - GESUNDHEIT	NFPA - BRENNBARKEIT	NFPA -REAKTIONS- VERMÖGEN
R-5762	2	1	0
TONE 0260	1	1	0
A-1100	3	1	2

ABSCHNITT 2 – FORMULIERUNG

MATERIAL	% AKTIVE FEST- STOFFE	GEWICHTS-% IM ANLIEFERZUSTAND	LBS/100 LB IM ANLIEFERZUSTAND
R-5762	100	49,5	49,5
TONE 0260	100	49,5	49,5
A-1100	61	1	1

Toleranzen

[0061] Die oben angeführten Gewichte sind Zielgewichte. Eine Variation des Zielgewichts von ±2% ist für diese Formulierung zulässig.

[0062] Die Schlichte sollte zur Lagerung, solange sie nicht aufgebracht wurde, auf Zimmertemperatur gehalten werden. Wenn die Schlichte verwendet wird, sollten die Einrichtungen zur Handhabung aus FRP (glasfa-

serverstärktem Kunststoff), PVC, Edelstahl oder Glas hergestellt sein. Schwarzblech oder verzinktes Eisenblech und die meisten Nichteisenmetalle sind verboten. Beim Mischen der Schlichte sollte die Zubereitung wie folgt durchgeführt werden. In einem Hauptmischbehälter sollte die Trommel oder der Eimer mit R-5762 auf 100°C erhitzt werden. Es sollte dann gewogen und direkt in den Hauptmischbehälter zugegeben werden; dann sollte mit dem Rühren begonnen werden. Hernach sollte TONE 0260 direkt zu dem Hauptmischbehälter als Feststoff zugegeben werden, wobei eine Temperatur von 70°C aufrechterhalten wird. Ein alternatives Verfahren besteht darin, TONE 0260 auf 80°C zu erhitzen und direkt in die Hauptmischung zu gießen. Bei einer Temperatur von 70°C ± 5°C sollte das A-1100-Silan langsam unter stetem Rühren zugegeben werden. Mit dem Rühren sollte bis zur vollständigen Dispersion fortgefahren werden. Sobald dies fertiggestellt wurde, ist das Mischen abgeschlossen. Für eine endgültige Mischung sollte das Rühren 5–10 Minuten lang andauern, um die Dispersion zu erzielen, und dann sollte die Viskosität mittels einer Brookfield-Messung oder Kegel-Platten-Messung bei 100°C gemessen werden.

Tabelle 4

Schlichte für Nylon

Status:

Bezeichnung: N1

	<u>N1</u>	<u>STANDARD</u>
LOI	5,0 %	0,5 %
Pkgs.-Dichte, lb/in ³	0,065	0,067
Strangzugfest., ksi	327 (25)	341 (19)
Fussel, mg	10-15	<15
Pkgs.-Stabilität	gut	ausgezeichnet
Pkgs.-Auslauf	gut	gut

Tabelle 5

Fasertyp	Zugfestigkeit (ksi)	Zugmodul (psi* 106)	Izod-Kerb- schlag- zähigkeit (ft-lb/in)	Glasgehalt (%)
Kurzfaser 492A* 10 Mikrometer	26,9	2,82	2,8	29,3
Celstran™ 16 Mikrometer	23,6	2,78	4,2	27,7
N1 19 Mikrometer	23,7	2,78	4,1	29,5
N1 23 Mikrometer	22,6	2,87	4,2	30,5

*Bezogen von Owens-Coming

	Zugfestig- keit (ksi)	Nasszug- festigkeit (ksi)	Biege- festigkeit (ksi)	Kerbschlag- zähigkeit (ft-lb/in)	Schlagbiege- festigkeit (ft/lb)
Celstran™ (16 Mikro- meter)	34,2	20,4	55,6	5,2	24,9
N1 (19 Mikro- meter)	29,4	16,1	47,9	4,3	14,7

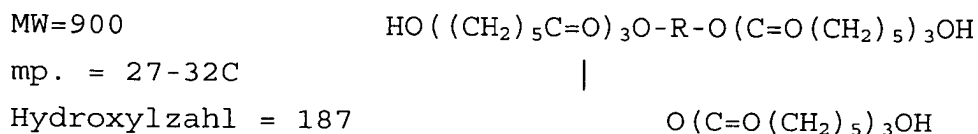
Beispiel II

[0063] Eine andere Schlichte wurde für Nylon-Glasfaser-Verbundstoffe mit der unten dargestellten Formel (als N2 bezeichnet) zubereitet:

	tatsächlich verwendete Menge
Tone 0310 (Polycaprolacton)	99 Gewichts-%
A-1100 (Aminsilan)	1%

[0064] Tone 0310 wurde von Union Carbide bezogen und weist die folgende Formel auf:

Tone 0310 (Polycaprolacton)



[0065] Die Schlichte wurde wie in Beispiel I zubereitet, und Proben wurden zubereitet. Eine Faser mit 23 Mikrometer wurde hergestellt und im Vergleich mit Celstran N66G50 (als Kontrolle wurde eine Faser mit 16 Mikrometer verwendet) geprüft. Die mechanischen Eigenschaften waren die nachstehend dargelegten.

Mechanische Eigenschaften

	Celstran N66G50 (Kontrolle)	N2 T-Faser (23 Mikro- meter)
	M-Faser (16 Mikro- meter)	
Zugfestigkeit, ksi	35,3	30,4
Zugfestigkeit, 24 h	22,5	18,4
Kochen, ksi		
Biegefestigkeit, ksi	55,6	49,6
Izod-Kerbschlag- zähigkeit, ft-lbs/in	6,04	6,41
Izod-Schlagbiege- festigkeit, ft-lbs/in	24,3	21,8
% Glas	49,6	51,5

Beispiel III

[0066] Eine andere Schlichte wurde für Nylon-Glasfaser-Verbundstoffe zubereitet. Die Formel wurde mit N3 bezeichnet und wird unten angeführt wie folgt:

N3	tatsächlich verwendete Menge
Tone 0310	38,5%
Tone 0260	60,0%
A-1100	1,5%

[0067] Die Schlichte wurde wie in Beispiel I zubereitet, und Proben wurden zubereitet. Eine Faser mit 23 Mikrometer wurde hergestellt und im Vergleich mit Celstran N66G50 (15 Mikrometer) geprüft. Die mechanischen Eigenschaften waren die in Tabelle 6 nachstehend dargelegten.

Tabelle 6 – Daten über mechanische Eigenschaften

	FD 16 Mikrometer	FD 23 Mikrometer
Beschreibung	Celstran N66G50	N3 T225
Zugfestigkeit, trocken (ksi)	36,7	32,3
Zugmodul (psi x 10 ⁶)	2,62	2,52
Zugfestigkeit, 24 Stunden Kochen (ksi)	21,5	18,7
% Ret.	59	58
Biegefestigkeit (ksi)	57,0	51,2
Biegemodul (psi x 10 ⁶)	2,14	2,17
Izod-Kerbschlagzähigkeit (ft-lb/in)	5,7	5,2
Izod-Schlagbiegefestigkeit (ft-lb)	29,1	31,5
Glasgehalt (%)	49,4	49,1
DTIL (def. F)	500	500

Beispiel IV

Nichtwässrige Schlichte für gekuppeltes Polypropylen

[0068] Die Formulierung für dieses Beispiel ist (als "P1" bezeichnet)

VYBAR 260	– 80%
VYBAR 825	– 18%
A-1100 Silan	– 2%

[0069] Die Schlichteformulierung wurde durch Erhitzen der VYBAR-Wachse auf etwa 160°F (71,111°C) unter Mischen derselben miteinander zubereitet. Dann wurde das Silan langsam zugesetzt und gründlich mit den Wachsen durchmischt. Die Schlichte wurde heiß bei 180°F (82,222°C) auf die Glasfasern beim Formen auf eine 225 yd/lb-Lunte mit 23 Mikrometer aufgebracht (der Strang wurde aus einer Düse mit 2000 Filamenten gezogen), unter Verwendung eines Systems mit einer Pumpe und einem 3/4"(1,9050)-Rollen-Applikator.

[0070] Die Schlichte wurde aufgebracht, um eine Schlichtebeladung von ungefähr 3,5% zu erzielen.

Tabelle 7

TYPISCHE EIGENSCHAFTEN							
	Mole- kular- gewicht	Poly- disper- sität	Dichte @77 °F (25 °C)	Visko- sität @210 °F (99 °C)	Erwei- chungs- punkt	Pene- tration @ 77 °F (25 °C)	Pene- tration @ 110 °F (44 °C)
Prüf- verfahren	Dampf- druck osmo- metrie	— — M _m /M _n	ASTM D792	ASTM D3236	ASTM D36	ASTM D1321	ASTM D1321
Einheiten	M _m		Gramm/cm ³	cP	°F °C	0,1 mm	0,1 mm
VYBAR®260 Polymer	2600	11,5	0,90	358	130 54	12	110
VYBAR®825 Polymer	1500	3	0,86	795***	-30* -34*	-	-

*Stockpunkt

**Gel-Permeations-Chromatographie

***@ 90°F (32°C)

Tabelle 8

TR# 54887	Zugfestig- keit, ksi (s.d.)	Zugfestig- keit	Dehnung	Zugfestig- keit, 24 h Kochen	Ret.	% Glas
		Modul (10 ⁶ psi)	(%)	ksi (s.d.)	(%)	
Celstran PPG550-02-4* Kontrolle	15,11 (0,4)	1,63	1,50	10,99 (0,6)	73	48,9
Celstran PPG50-02-4 Kontrolle	14,65 (0,4)	1,62	1,40	11,24 (0,9)	77	49,0
P1**, 1 Ende, 3,5 % LOI	14,48 (1,1)	1,62	1,54	11,54 (1,0)	80	47,9
P1, 2 Enden, 3,5 % LOI	15,48 (0,5)	1,76	1,65	11,81 (0,5)	76	50,9
P1, 1 Ende, 2 % LOI	14,86 (0,3)	1,60	1,75	10,91 (0,7)	73	47,5
P1, 2 Enden, 2 % LOI	15,62 (0,5)	1,59	1,90	11,83 (0,6)	76	49,1

Beachten Sie, dass Celstran ein handelsübliches Produkt ist, welches als Kontrollsubstanz verwendet wird.
 Die nichtwässrige Schlichteformulierung P1 weist einen Filamentdurchmesser von 23 Mikrometer auf und Celstran 16 Mikrometer.

Beispiel V

[0071] Eine andere Schlichte wurde für Polypropylen-Glasfaser-Verbundstoffe zubereitet. Die Formel wurde mit P2 bezeichnet und ist nachstehend dargestellt wie folgt:

P2	tatsächlich verwendete Menge
Vybar 260	80%
Vybar 825	19%
A-1100	1%

[0072] Die Schlichte wurde wie bei Beispiel IV zubereitet, und es wurden Proben zubereitet. Fasern wurden mit 16, 20 und 23 Mikrometer zubereitet und im Vergleich mit Celstran (16 Mikrometer) geprüft. Die mechanischen Eigenschaften waren wie in Tabelle 9 nachstehend dargelegt.

Tabelle 9 – Daten über mechanische Eigenschaften

	FD in Mikro- meter 16	FD in Mikro- meter 23	FD in Mikro- meter 20	FD in Mikro- meter 16
Beschreibung	Celstran, geformt bei 420F	P2, geformt bei 460F	P2, geformt bei 460F	P2, geformt bei 460F
Zugfestigkeit, trocken (ksi)	16,4	14,5	14,9	14,9
Zugmodul (psi x 10 ⁶)	1,14	1,03	1,05	1,01
Zugfestigkeit, 24 Stunden Kochen (ksi)	13,8	10,6	10,3	10,2
% Ret.	84	73	69	68
Biegefestigkeit (ksi)	23,4	20,5	21,8	22,5
Biegemodul (psi x 10 ⁶)	0,81	0,78	0,78	0,77
Izod-Kerbschlagzähigkeit (ft-lb/in)	4,2	5,2	5,0	4,9
Izod-Schlagbiegefestigkeit (ft-lb)	15,3	14,0	15,1	14,6
Glasgehalt (%)	30,5	29,4	28,7	29,9

Patentansprüche

1. Nichtwässrige Schlichtezusammensetzung zum Aufbringen auf Glasverstärkungsfasern, umfassend:
 (a) einen oder mehrere Filmbildner, die mit dem zu verstärkenden Polymer mischbar sind und die einen Schmelzpunkt von 30 bis 60°C und eine Viskosität von 75 bis 400 cPs bei 100°C aufweisen; und
 (b) 0,1 bis 5 Gewichts-% eines oder mehrerer Silan-Kupplungsmittel, wobei die Zusammensetzung einen Glühverlust von 2 bis 10% aufweist, wenn sie auf Glasfasern aufgebracht wird.

2. Zusammensetzung nach Anspruch 1, wobei der Filmbildner mit einem Polymer mischbar ist, ausgewählt aus Polyamid, Polypropylen, Polybutylenterephthalat, Polyamid 6, Polyamid 66, chemisch gekuppeltem Polypropylen, Polycarbonat, Polyphenylensulfid, thermoplastischem Polyurethan, Acetal und HDPE.

3. Zusammensetzung nach Anspruch 2, wobei der Filmbildner ausgewählt ist aus Wachsen mit hoher relativer Molekülmasse, Wachsen mit niedrigerer relativer Molekülmasse, Polyesteralkyden mit niedrigerer relativer Molekülmasse, Polykaprolaktonen und maleinierten Polypropylenen mit niedriger relativer Molekülmasse.

4. Zusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 3, wobei das Kupplungsmittel ausgewählt ist aus 3-Glycidoxypropyltrimethoxysilan, 3-Methakryloxypropyltrimethoxysilan und 3-Aminopropyletriethoxysilan.

5. Zusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 4 zum Aufbringen auf Glasfasern zum Verstärken von Polyamid, wobei der Filmbildner ausgewählt ist aus Polyurethanen mit niedriger relativer Molekülmasse, Polykaprolaktonen, Polyestern und ungesättigten Polyestern.

6. Zusammensetzung nach Anspruch 5, wobei der Filmbildner ein Polykaprolakton ist und das Kupplungsmittel ein Aminsilan ist.

7. Zusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 4 zum Aufbringen auf Glasfasern zum Verstärken von Polypropylen, wobei der Filmbildner ausgewählt ist aus amorphen Wachsen, mikrokristallinen Wachsen, maleinierten Polypropylenen mit niedriger relativer Molekülmasse und Kohlenwasserstoffharzen.

8. Zusammensetzung nach Anspruch 7, wobei der Filmbildner ein amorphes Wachs ist und das Haftmittel ein Aminsilan ist.

9. Glasfaser, die wenigstens einen Abschnitt ihrer Oberfläche mit dem getrockneten Rückstand einer nichtwässrigen Schlichtezusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 8 bedeckt aufweist.

10. Glasfaser nach Anspruch 9, die mit einem Polymer, ausgewählt aus Nylon, Polypropylen, Polykarbonat und Polybutylenterephthalat, überzogen worden ist.

11. Verfahren zur Herstellung einer Glasfaser enthaltenden Gussmasse, umfassend folgende Schritte:

- (a) Bilden eines Glasfaserstranges;
- (b) Beschichten des Glasfaserstranges mit einer nichtwässrigen Schlichtezusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 9; und
- (c) Aufbringen eines Überzuges aus Polymerharz auf die Glasfaser, die wenigstens einen Abschnitt ihrer Oberfläche mit dem getrockneten Rückstand der nichtwässrigen Schlichtezusammensetzung bedeckt aufweist.

Es folgt ein Blatt Zeichnungen

FIG. 1

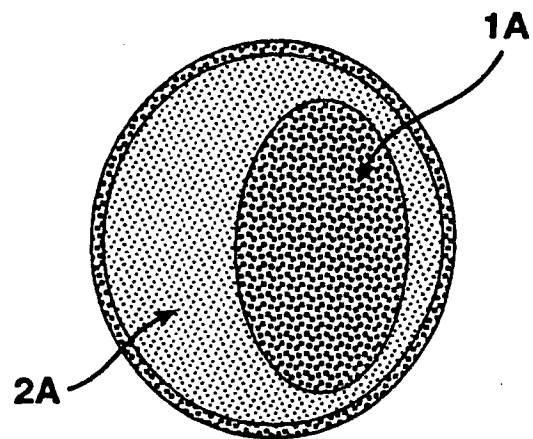


FIG. 2

