



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



Veröffentlichungsnummer: **0 340 572 B1**

12

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

Veröffentlichungstag der Patentschrift: **28.06.95**

Int. Cl.⁶: **D01F 6/76, D01F 6/78**

Anmeldenummer: **89107285.2**

Anmeldetag: **22.04.89**

Aus der Schmelze geformte Fäden aus mindestens einem aromatischen Polymeren und ein Verfahren zu deren Herstellung.

Priorität: **30.04.88 DE 3814715**

Veröffentlichungstag der Anmeldung:
08.11.89 Patentblatt 89/45

Bekanntmachung des Hinweises auf die
Patenterteilung:
28.06.95 Patentblatt 95/26

Benannte Vertragsstaaten:
BE CH DE ES FR GB IT LI NL

Entgegenhaltungen:
EP-A- 0 113 112
EP-A- 0 283 520
EP-A- 0 331 492

Patentinhaber: **BASF Aktiengesellschaft**
Carl-Bosch-Strasse 38
D-67063 Ludwigshafen (DE)

Erfinder: **Itemann, Peter, Dr.**
231 Manor House Mill
Bailiwyck
Fort Mill S.C. 2975 (US)
Erfinder: **Seibring, Joachim, Dr.**
Johannes-Brahms-Weg 3
D-6713 Freinsheim (DE)
Erfinder: **Matthies, Hans Georg, Dr.**
Homburger Strasse 2
D-6700 Ludwigshafen (DE)
Erfinder: **Heinz, Gerhard, Dr.**
Im Vogelsang 2
D-6719 Weisenheim (DE)

EP 0 340 572 B1

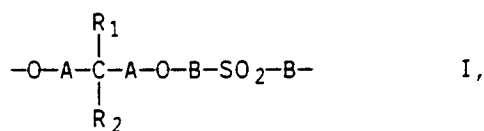
Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt,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

Beschreibung

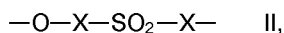
Fäden aus aromatischen Polymeren, wie Polyethersulfon, werden aus Lösungen des Polymeren ersponnen. Hierbei sind aufwendige Lösungsmittel erforderlich, die aus den ersponnenen Fäden entfernt werden und wiedergewonnen müssen. Insgesamt ist dieses Verfahren sehr aufwendig. Es wurde auch schon versucht, solche Polymere aus der Schmelze zu verspinnen. Es hat sich jedoch herausgestellt, daß solche Polymeren aus der Schmelze schwer verspinnbar sind, da die erzeugten Fäden Unregelmäßigkeiten aufweisen und diese zudem bei der nachfolgenden Verstreckung viele Fadenbrüche ergeben, was zu einem unbrauchbaren Endprodukt führt.

Es war deshalb die technische Aufgabe gestellt, aus der Schmelze geformte Fäden aus mindestens einem aromatischen Polymeren zur Verfügung zu stellen, die mit gleichmäßiger Qualität verspinnbar sind und beim Verstrecken eine hohe Ausbeute ergeben. Ferner war die Aufgabe gestellt, ein Verfahren zur Herstellung solcher Fäden zur Verfügung zu stellen.

Diese Aufgabe wird gelöst durch aus der Schmelze geformte Fäden aus mindestens einem Polymeren aufgebaut aus wiederkehrenden Einheiten der allgemeinen Formel



in der A und B gleich oder verschieden sein können und jeweils einen 1, 4-Phenylenrest oder 1, 7-Naphthylenrest bezeichnen und B auch einen 4,4'-Biphenylenrest bezeichnen kann, die jeweils Chloratome als Substituenten enthalten können und R₁ und R₂ gleich oder verschieden sein können und jeweils einen Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen bedeuten und/oder wiederkehrenden Einheiten der allgemeinen Formel



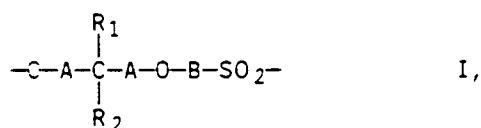
in der X einen 1,4-Phenylenrest, 4,4'-Biphenylenrest oder einen 1,7-Naphthylenrest, die jeweils Chloratome als Substituenten haben können, bedeutet, gekennzeichnet durch einen Gehalt von weniger als 1 Gew.% an nicht homogen in den aromatischen Polymeren löslichen Anteilen.

Ferner ist ein Gegenstand der Erfindung ein Verfahren zur Herstellung von Fäden aus mindestens einem aromatischen Polymeren, aufgebaut aus wiederkehrender Einheiten der allgemeinen Formel I und/oder II, bei dem man eine Schmelze des aromatischen Polymeren mit einem Gehalt von weniger als 1 Gew.% an nicht homogen in den aromatischen Polymeren löslichen Anteilen bei einer Temperatur T die mindestens 10 °C unter der Zersetzungstemperatur des aromatischen Polymeren liegt und bei der Temperatur T die Schmelzviskosität bei einer Schergeschwindigkeit von 10 bis 1000 sec⁻¹ weniger als 1000 Pas beträgt, zu Fäden verspinnt.

Die neuen Fäden haben den Vorteil, daß sie sich durch hohe Gleichmäßigkeit auszeichnen und insbesondere daß sie gut verstreckbar sind. Die neuen Fäden sind ohne Mitverwendung von aufwendigen Lösungsmitteln durch Verspinnen aus der Schmelze unter Verwendung von üblichen Spinnvorrichtungen erhältlich.

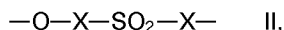
Die erfindungsgemäßen Fäden haben in der Regel einen Durchmesser von 20 µ bis 2 mm, insbesondere 25 µ bis 1 mm.

Die Fäden sind aus der Schmelze geformt und bestehen im wesentlichen aus mindestens einem aromatischen Polymeren, aufgebaut aus wiederkehrenden Einheiten der allgemeinen Formel



in der A und B gleich oder verschieden sein können und jeweils einen 1,4-Phenylenrest oder 1,7-Naphthylenrest bezeichnen und B auch einen 4,4'-Biphenylenrest bezeichnen kann, die jeweils Chloratome als Substituenten enthalten können und R₁ und R₂ gleich oder verschieden sein können und jeweils einen

Alkylrest mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen bedeuten und/oder wiederkehrenden Einheiten der allgemeinen Formel

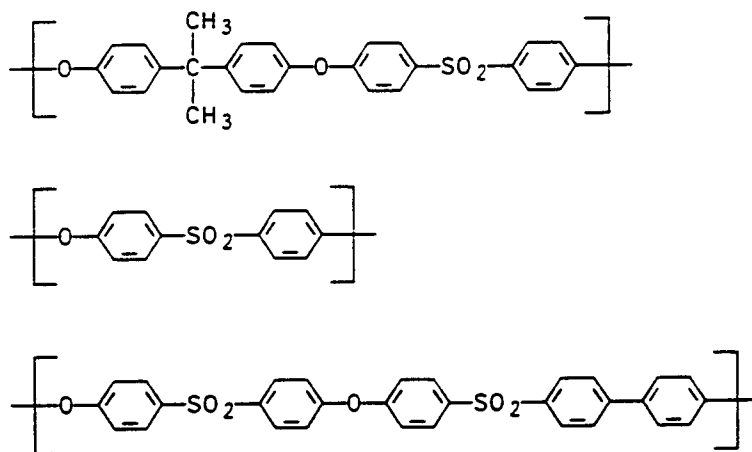


in der X einen 1,4-Phenylenrest, 4,4'-Biphenylenrest oder einen 1,7-Naphthylenrest, die jeweils Chloratome als Substituenten haben können, bezeichnet.

In bevorzugten wiederkehrenden Einheiten der allgemeinen Formel I bezeichnen A und B jeweils einen 1,4-Phenylenrest, der 1 bis 2 Chloratome als Substituenten haben kann, insbesondere einen nicht substituierten 1,4-Phenylenrest. In bevorzugten wiederkehrenden Einheiten der Formel II bezeichnet X einen 1,4-Phenylenrest, der 1 oder 2 Chloratome als Substituenten haben kann, insbesondere einen nicht substituierten 1,4-Phenylenrest.

Daneben können die aromatischen Polymeren übliche Zusätze, wie Stabilisatoren in wirksamen Mengen enthalten.

Die erfindungsgemäßen Fäden bestehen somit im wesentlichen aus Polymeren mit wiederkehrenden Einheiten der Formel I aus Polymeren mit wiederkehrenden Einheiten der Formel II aus Copolymeren mit wiederkehrenden Einheiten der Formel I und II, ferner aus Gemischen solcher Polymeren. Beispiele für wiederkehrende Einheiten der Formel I und II sind



Die aromatischen Polymeren haben vorteilhaft eine relative Lösungsviskosität von 1,40 bis 2,0. Die Herstellung der aromatischen Polymeren wird beispielsweise beschrieben in der DE-AS 14 45 806.

Die vorgenannten aromatischen Polymeren haben einen Gehalt von weniger als 1 Gew.%, z.B. 0,01 bis 1 Gew.% insbesondere 0,05 bis 0,8 Gew.% an nicht-homogen an den aromatischen Polymeren löslichen Anteilen. Solche nicht-homogen lösliche Anteile sind beispielsweise Salze aus der Herstellung der Polymeren oder Gelteile. Insbesondere handelt es sich um nicht-homogen lösliche Teile mit einem Teilchendurchmesser von $> 5 \mu\text{m}$ bis zu $100 \mu\text{m}$. Der Gehalt an nicht-homogen löslichen Anteilen wird zweckmäßig bestimmt mit dem Flow-Vision-Gerät der Firma Schwing Verfahrenstechnik an einem Meßextruder, wobei bei einem Extruderdurchsatz von 1 kg/h die Zahl der registrierten unlöslichen Teilchen, die einen Durchmesser über $5 \mu\text{m}$ haben, weniger als 20 pro Minute betragen soll.

Für Fäden mit einem Durchmesser von $20 \mu\text{m}$ bis 0,1 mm hat das aromatische Polymere vorteilhaft eine relative Viskosität von 1,40 bis 1,65, während für Fäden mit einem Durchmesser von 0,1 bis 1 mm das aromatische Polymere vorteilhaft eine relative Viskosität von 1,65 bis 2 hat.

Die erfindungsgemäßen Fäden sind gut verstreckbar. Vorteilhafte Fäden sind z.B. um das 1,2- bis 10-fache verstreckt.

Die erfindungsgemäßen Fäden erhält man vorteilhaft, indem man aus einer Schmelze aus mindestens einem der vorher genannten aromatischen Polymeren mit einem Gehalt von weniger als 1 Gew.% an nicht-homogen in aromatischen polymeren löslichen Anteilen bei einer Temperatur T, die mindestens 10°C unter der Zersetzungstemperatur des jeweiligen aromatischen Polymeren liegt und die Schmelze bei der Temperatur T eine Viskosität von weniger als 1000 Pas bei einer Schergeschwindigkeit von 10 bis 1000 sec^{-1} hat, verspinnt. Hierbei lassen sich Multifile mit Einzelfadendurchmesser von 20 bis $100 \mu\text{m}$ aber auch Monofile mit Durchmessern von 100 bis $1500 \mu\text{m}$ erspinnen. Das Verspinnen erfolgt in der Regel auf

üblichen Spinnvorrichtungen, wie sie für die Herstellung von beispielsweise Polyamid-6-Fäden bekannt sind.

Als Zersetzungstemperatur sei die Temperatur verstanden, bei der nach 10-minütigem Erhitzen des aromatischen Polymeren die Schmelzviskosität um mehr als 10 % zugenommen hat, bzw. in der TGA-Kurve (TGA: Thermogravimetrie. Dabei wird die zu unternehmende Probe bei einer definierten Temperatur, z.B. bei der oben genannten Zersetzungstemperatur, eine bestimmte zeitlang (z.B. 10 Minuten) in Luft erhitzt und der Gewichtsverlust vor und nach der Behandlung gemessen) ein Gewichtsverlust von mehr als 2 Gew.% der vorgetrockneten Probe auftritt, je nachdem welche Temperatur niedriger liegt.

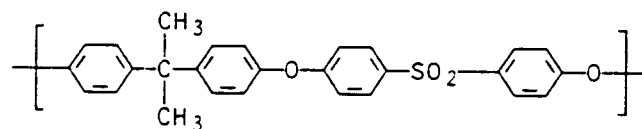
Die ersponnenen Fäden werden vorteilhaft bei erhöhter Temperatur um das 1,2- bis 10-fache, insbesondere 1,5- bis 8-fache verstreckt. Hierbei haben sich Temperaturen von 50 bis 300 °C, insbesondere von 75 bis 250 °C bewährt. Die Verstreckung erfolgt auf üblichen Streckvorrichtungen, z.B. mit beheizten Galetten.

Die erfindungsgemäßen Fäden können auch geschnitten und als Stapelfasern verarbeitet werden. Sie eignen sich allein oder im Gemisch mit anderen Fäden oder Fasern zur Herstellung von Gegenständen, bei denen eine hohe Wärmeformbeständigkeit, eine hohe Resistenz gegenüber Chemikalien und feuchter Hitze oder schwere Brennbarkeit gefordert werden.

Der Gegenstand der Erfindung sei an folgenden Beispielen veranschaulicht:

Beispiel 1

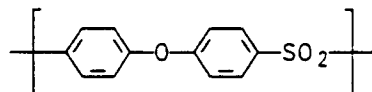
Ein Polysulfon, aufgebaut aus wiederkehrenden Einheiten der Formel



mit einer relativen Lösungsviskosität von 1,54, gemessen in N-Methylpyrrolidon an einer 1-gew-%igen Lösung bei 20 °C, einem Gehalt von 0,75 Gew.% an nicht homogen im Polymeren löslichen Anteilen und einer Schmelzviskosität von 240 Pas, gemessen bei 350 °C und einer Belastung von 10 kg sowie einer Zersetzungstemperatur von 385 °C, wurde auf einer konventionellen Schmelzspinnvorrichtung bei 370 °C zu Fäden mit einem Durchmesser von 35 µm versponnen. Die so erhaltenen Fäden wurden dann bei 90 °C um das 1,4-fache verstreckt. Die erhaltenen Fäden hatten eine Reißfestigkeit von 1,13 cN/dtex, eine Bruchdehnung von 55 % und einen Durchmesser von 30 µm.

Beispiel 2

Ein Polyethersulfon, aufgebaut aus Einheiten der Formel



mit einem Gehalt von 0,5 Gew.% an nicht homogen im Polymer löslichen Anteilen und einer relativen Lösungsviskosität von 1,49, gemessen als 1 gew.-%ige Lösung in N-Methylpyrrolidon bei 20 °C sowie einer Schmelzviskosität von 613 Pas, gemessen bei 350 °C unter einer Belastung von 10 kg und einer Zersetzungstemperatur von 375 °C wurde bei 365 °C zu Fäden mit einem Durchmesser von 30 µm versponnen. Die so ersponnenen Fäden wurden bei 130 °C (Hotrole) bzw. 170 °C (Hotplate) auf das 2-fache verstreckt. Die Fäden hatten einen Einzelfadendurchmesser von 25 µm und eine Reißfestigkeit von 2,1 cN/dtex und eine Bruchdehnung von 14 %.

Vergleichsbeispiel 1

Ein Polyethersulfon, gemäß Beispiel 2, jedoch mit einer relativen Lösungsviskosität von 1,73 und einer Schmelzviskosität von > 1000 Pas sowie 1,5 Gew.% salzartigen nicht löslichen Verunreinigungen wurden bei 380 °C zu Fäden mit einem Durchmesser von 50 µm versponnen. Die Fäden zeigten zahlreiche

Inhomogenitäten in Form von Blasen und Verdickungen und ließen sich nicht verstrecken.

Beispiel 3

- 5 Ein Copolymer, aufgebaut aus 95 Mol.% Polyethersulfon-Einheiten der Formel gemäß Beispiel 2 und 5 Mol.% Polysulfoneinheiten gemäß Beispiel 1 mit einer relativen Lösungsviskosität von 1,65 und einer Schmelzviskosität von 765 Pas bei einer Temperatur von 350 °C und einer Belastung von 5 kg mit einem Gehalt an unlöslichen Verunreinigungen von 0,3 Gew.% und einer Zersetzungstemperatur von 380 °C wurde bei 360 °C zu Fäden mit einem Durchmesser von 50 µm versponnen. Die so erhaltenen Fäden wurden bei 120 °C (Heizgalette) und 190 °C (Heizplatte) um das 1,5-fache verstreckt. Die Einzelfäden hatten einen Durchmesser von 40 µm, eine Reißfestigkeit von 1,15 cN/dtex und eine Bruchdehnung von 45 %.

Vergleichsbeispiel 2

- 15 Das gleiche Copolymer wie in Beispiel 3 wurde bei einer Temperatur von 360 °C zu einem Monofil von 0,5 mm² versponnen. Die Monofile zeigten große Durchmesserschwankungen und waren schwer verstreckbar.

Vergleichsbeispiel 3

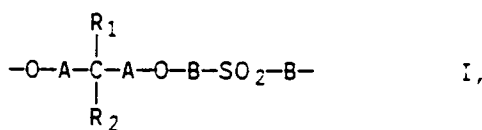
- 20 Ein Copolymer aus 75 Mol.% wiederkehrenden Einheit gemäß Beispiel 1 und 25 Mol.% wiederkehrenden Einheiten gemäß Beispiel 2 mit einer relativen Lösungsviskosität von 1,77 und einer Schmelzviskosität von 1052 Pas wurde bei 360 °C zu einem Multifil mit Einzelfadendurchmessern von < 0,1 mm versponnen. Die Einzelfäden zeigten große Durchmesserschwankungen und waren schwer verstreckbar.

Beispiel 4

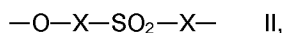
- 25 Ein Copolymer gemäß Vergleichsbeispiel 3 wurde bei 360 °C zu Monofilen von 0,5 und 0,65 mm Durchmesser versponnen und anschließend bei 220 °C um das 2-fache verstreckt. Die Monofile hatten eine Reißfestigkeit von 145 N/mm² und eine Bruchdehnung von 45 %.

Patentansprüche

- 35 1. Aus der Schmelze geformte Fäden aus mindestens einem aromatischen Polymeren, aufgebaut aus wiederkehrenden Einheiten der allgemeinen Formel



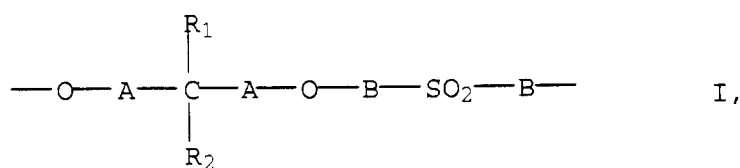
- 45 in der A und B gleich oder verschieden sein können und jeweils einen 1,4-Phenylrest oder 1,7-Naphthylrest bezeichnen und B auch einen 4,4'-Biphenylrest bezeichnen kann, die jeweils Chloratome als Substituenten enthalten können und R₁ und R₂ gleich oder verschieden sein können und jeweils einen Alkylrest mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen bedeuten und/oder wiederkehrenden Einheiten der allgemeinen Formel



- 50 in der X einen 1,4-Phenylrest, 4,4'-Biphenylrest oder einen 1,7-Naphthylrest, die jeweils Chloratome als Substituenten haben können, bedeutet, gekennzeichnet durch einen Gehalt von weniger als 1 Gew.% an nicht homogen in den aromatischen Polymeren löslichen Anteilen.

- 55 2. Aus der Schmelze geformte Fäden nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die aromatischen Polymeren eine relative Lösungsviskosität von 1,40 bis 2,0 haben.

3. Aus der Schmelze geformte Fäden nach einem der Ansprüche 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Fäden einen Durchmesser von 20 μm bis 0,1 mm haben und das aromatische Polymere eine relative Lösungsviskosität von 1,40 bis 1,65 aufweist.
- 5 4. Auf der Schmelze geformte Fäden nach einem der Ansprüche 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Fäden einen Durchmesser von 0,1 bis 1,5 mm haben und das aromatische Polymere eine relative Lösungsviskosität von 1,65 bis 2,0 aufweist.
5. Aus der Schmelze geformte Fäden nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Fäden auf das 1,2- bis 10-fache verstreckt sind.
- 10 6. Verfahren zur Herstellung von Fäden aus mindestens einem aromatischen Polymeren, aufgebaut aus wiederkehrenden Einheiten der allgemeinen Formel

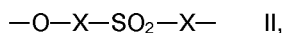


15

20

in der A und B gleich oder verschieden sein können und jeweils einen 1,4-Phenylenrest oder 1,7-Naphthylenrest bezeichnen und B auch einen 4,4'-Biphenylenrest bezeichnen kann, die jeweils Chloratome als Substituenten enthalten können und R_1 und R_2 gleich oder verschieden sein können und jeweils einen Alkylrest mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen bedeuten und/oder wiederkehrenden Einheiten der allgemeinen Formel

25



30

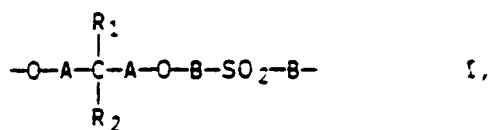
in der X einen 1,4-Phenylenrest, 4,4'-Biphenylenrest oder einen 1,7-Naphthylenrest, die jeweils Chloratome als Substituenten haben können, bedeutet, aus der Schmelze, dadurch gekennzeichnet, daß man aromatische Polymere mit einem Gehalt von weniger als 1 Gew.-% an nicht homogen in den aromatischen Polymeren löslichen Anteilen bei einer Temperatur T, die mindestens 10 °C unter der Zersetzungstemperatur des aromatischen Polymeren liegt und bei der Temperatur T die Viskosität der Schmelze weniger als 1000 Pa·s bei einer Schergeschwindigkeit von 10 bis 1000 s^{-1} beträgt, zu Fäden verspinnt.

35

7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß man für Fäden mit einem Durchmesser von 20 μ bis 0,1 mm aromatische Polymere mit einer relativen Viskosität von 1,40 bis 1,65 und für Fäden mit einem Durchmesser von 0,1 bis 1 mm aromatische Polymere mit einer relativen Viskosität von 1,65 bis 2 verwendet.
- 40 8. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 und 7, dadurch gekennzeichnet, daß man die Fäden bei einer Temperatur von 50 bis 300 °C auf das 1,2- bis 10-fache verstreckt.
- 45

Claims

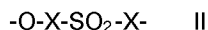
1. A melt spun filament from one or more aromatic polymers composed of repeat units of the general formula
- 50



55

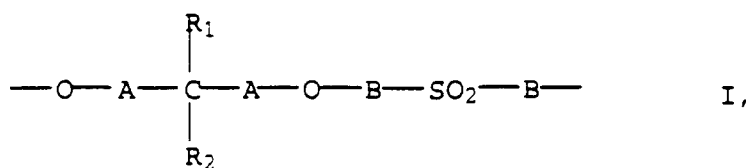
where A and B, identical or different, are each 1,4-phenylene or 1,7-naphthylene and B may also be

4,4'-biphenylene, which each may contain chlorine atoms as substituents, and R_1 and R_2 , identical or different, are each alkyl of from 1 to 6 carbon atoms, and/or repeat units of the general formula

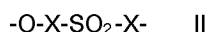


where X is 1,4-phenylene, 4,4'-biphenylene or 1,7-naphthylene, which each may have chlorine atoms as substituents, containing less than 1% by weight of matter not homogeneously soluble in the aromatic polymers.

2. A melt spun filament as claimed in claim 1, where the aromatic polymer has a relative solution viscosity of from 1.40 to 2.0.
3. A melt spun filament as claimed in claim 1 or 2, which is from 20 μm to 0.1 mm in diameter and where the aromatic polymer has a relative solution viscosity of from 1.40 to 1.65.
4. A melt spun filament as claimed in claim 1 or 2, which is from 0.1 to 1.5 mm in diameter and where the aromatic polymer has a relative solution viscosity of from 1.65 to 2.0.
5. A melt spun filament as claimed in any of claims 1 to 4, which has been drawn to a draw ratio of from 1.2:1 to 10:1.
6. A process for producing from the melt a filament from one or more aromatic polymers composed of repeat units of the general formula



where A and B, identical or different, are each 1,4-phenylene or 1,7-naphthylene and B may also be 4,4'-biphenylene, which each may contain chlorine atoms as substituents, and R_1 and R_2 , identical or different, are each alkyl of from 1 to 6 carbon atoms, and/or repeat units of the general formula

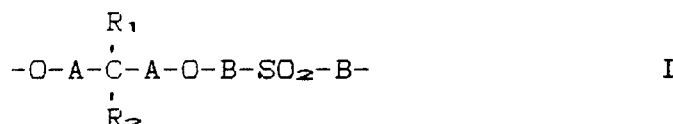


where X is 1,4-phenylene, 4,4'-biphenylene or 1,7-naphthylene, which each may have chlorine atoms as substituents, comprises spinning aromatic polymers containing less than 1% by weight of matter not homogeneously soluble in the aromatic polymers, into filaments at a temperature T which is not less than 10 °C below the decomposition temperature of the aromatic polymer and at which the viscosity of the melt is less than 1000 Pa.s at a shear rate of from 10 to 1000 s^{-1} .

7. A process as claimed in claim 6, wherein aromatic polymers having a relative viscosity of from 1.40 to 1.65 are used for a filament from 20 μ to 0.1 mm in diameter and aromatic polymers having a relative viscosity of from 1.65 to 2 are used for a filament from 0.1 to 1 mm in diameter.
8. A process as claimed in claim 6 or 7, wherein the filament is drawn to a draw ratio of from 1.2:1 to 10:1 at from 50 to 300 °C.

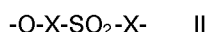
Revendications

1. Fils formés à partir de la masse fondue, en au moins un polymère aromatique se composant de motifs répétitifs de formule générale



5

10 dans laquelle A et B peuvent être identiques ou différents et représentent chacun un reste 1,4-phénylène ou un reste 1,7-naphtylène, B pouvant aussi représenter un reste 4,4'-biphénylène, ces restes pouvant contenir chacun des atomes de chlore comme substituants, et R₁ et R₂ peuvent être identiques ou différents et représentent chacun un reste alkyle à 1-6 atomes de carbone, et/ou de motifs répétitifs de formule générale



15 dans laquelle X représente un reste 1,4-phénylène, un reste 4,4'-biphénylène ou un reste 1,7-naphtylène dont chacun peut renfermer des atomes de chlore comme substituants, caractérisés par une teneur de moins de 1% en poids en fractions solubles de façon non homogène dans les polymères aromatiques.

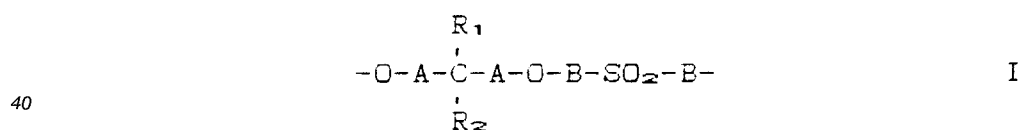
20 2. Fils formés à partir de la masse fondue selon la revendication 1, caractérisés en ce que les polymères aromatiques ont une viscosité relative en solution de 1,40 à 2,0.

25 3. Fils formés à partir de la masse fondue selon la revendication 1 ou 2, caractérisés en ce qu'ils ont un diamètre de 20 μm à 0,1 mm et en ce que le polymère aromatique présente une viscosité relative en solution de 1,40 à 1,65.

30 4. Fils formés à partir de la masse fondue selon la revendication 1 au 2, caractérisés en ce qu'ils ont un diamètre de 0,1 à 1,5 mm et en ce que le polymère aromatique présente une viscosité relative en solution de 1,65 à 2,0.

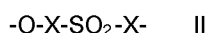
5. Fils formés à partir de la masse fondue selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisés en ce qu'ils sont étirés à raison de 1,2 à 10 fois.

35 6. Procédé de fabrication, à partir de la masse fondue, de fils en au moins un polymère aromatique se composant de motifs répétitifs de formule générale



40

45 dans laquelle A et B peuvent être identiques ou différents et représentent chacun un reste 1,4-phénylène ou un reste 1,7-naphtylène, B pouvant aussi représenter un reste 4,4'-biphénylène, ces restes pouvant contenir chacun des atomes de chlore comme substituants, et R₁ et R₂ peuvent être identiques ou différents et représentent chacun un reste alkyle à 1-6 atomes de carbone, et/ou de motifs répétitifs de formule générale



50

55 dans laquelle X représente un reste 1,4-phénylène, un reste 4,4'-biphénylène ou un reste 1,7-naphtylène dont chacun peut renfermer des atomes de chlore comme substituants, caractérisé en ce qu'on file en filaments des polymères aromatiques ayant une teneur de moins de 1% en poids en fractions solubles de façon non homogène dans les polymères aromatiques à une température T qui se situe à au moins 10°C au-dessous de la température de décomposition du polymère aromatique, la viscosité de la masse fondue à la température T étant inférieure à 1000 Pa.s à une vitesse de cisaillement de 10 à 1000 s⁻¹.

EP 0 340 572 B1

7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce qu'on utilise, pour des fils ayant un diamètre de 20 μm à 0,1 mm, des polymères aromatiques présentant une viscosité relative de 1,40 à 1,65 et, pour des fils ayant un diamètre de 0,1 à 1 mm, des polymères aromatiques présentant une viscosité relative de 1,65 à 2.

5

8. Procédé selon la revendication 6 ou 7, caractérisé en ce qu'on étire les fils à raison de 1,2 à 10 fois à une température de 50 à 300 °C.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55