



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



⑪ Veröffentlichungsnummer: **0 445 708 B1**

⑫

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

⑯ Veröffentlichungstag der Patentschrift: **23.11.94**

⑮ Int. Cl. 5: **D01D 5/247, D01F 1/08,
D01F 6/62**

⑯ Anmeldenummer: **91103256.3**

⑯ Anmeldetag: **05.03.91**

⑯ Verfahren zum Herstellen von Schaumfäden.

⑯ Priorität: **09.03.90 DE 4007498**

⑯ Patentinhaber: **HOECHST AKTIENGESELL-
SCHAFT**

⑯ Veröffentlichungstag der Anmeldung:
11.09.91 Patentblatt 91/37

D-65926 Frankfurt (DE)

⑯ Bekanntmachung des Hinweises auf die
Patenterteilung:
23.11.94 Patentblatt 94/47

⑯ Erfinder: **Vischer, Axel, Dr.
Leharstrasse 10
W-8900 Augsburg (DE)**

⑯ Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE ES FR GB IT LI NL

⑯ Entgegenhaltungen:
**AT-A- 369 440
FR-A- 2 330 782
FR-A- 2 378 879**

EP 0 445 708 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 eingeleitet, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Herstellen von Schaumfäden nach dem Oberbegriff des Patentanspruchs 1.

5 Schaumfäden, d.h. Filamente oder Spinnfasern mit nicht durchgehenden Hohlräumen, werden als Teppichfasern und auch als Füllfasern für Decken, Kissen oder als Futtermaterial für Anoraks und sonstige Winterbekleidung benutzt. Ein Vorteil von Schaumfäden ist ihre geringe Dichte und damit das größere Volumen der Füllstoffe pro Gewicht. Um eine merkliche Dichteverringerung zu erzielen, sind etwa 15% Hohlraum in den fertigen, gekräuselten Schaumfäden erwünscht. Da sich der Hohlraumanteil beim Strecken 10 verringert, muß der Hohlraumanteil nach dem Erspinnen entsprechend größer sein. Im Hinblick auf das Kräuseln müssen die Hohlräume hinreichend stabil gegen Quetschung sein.

Ein Verfahren zum Herstellen von Schaumfäden aus einem synthetischen Hochpolymeren, einem Treibmittel und einem Zuschlagstoff ist aus den DE-ASen 25 50 080 und 25 50 081 bekannt. Bei diesen vorbekannten Verfahren dient als Hochpolymeres Polyester wie Polyethylenterephthalat oder Polyamid wie 15 Polyamid-6 und Polyamid-66. Als Treibmittel, d.h. gasbildende Substanz werden niedrigsiedende Kohlenwasserstoffe wie Pentan, Hexan oder die bei Zimmertemperatur gasförmigen Kohlenwasserstoffe wie Propan oder Butan erwähnt. Der Zuschlagstoff ist ein Silikonöl, das die Verspinnbarkeit des Polymeren verbessern, die Laufzeit der Spinndüse erhöhen und eine gleichmäßige Verteilung der Hohlräume sicherstellen soll.

20 Aus der DL-PS 103 375 ist ein Verfahren zum Herstellen von Schaumfäden aus isotaktischem Polypropylen bekannt, bei dem als Treibmittel Natriumbicarbonat und Citronensäure und als Zuschlagstoff ebenfalls Silikonöl verwendet werden.

Natriumbicarbonat und Citronensäure werden als Treibmittel auch bei der Herstellung geschäumter Kunststoffe, zum Beispiel für Strukturschaum-Formteile, benutzt, vgl. z.B. EP 0 059 495 und 0 158 212. Als 25 Kunststoffe werden dort unter anderem auch verschiedene Hochpolymeren wie Polyester erwähnt. Wenn auch Natriumcarbonat und Citronensäure bei Polyestern zu einer guten Schaumbildung führen, so hat sich jedoch gezeigt, daß dieses Treibmittel den Polyester schädigt. Es wurde zum Beispiel ein Abbau von 0,15 Intrinsic-Viskosität-Einheiten bei einer Einsatz-Intrinsic-Viskosität von ungefähr 0,65 beobachtet, was einem Abbau des Molekulargewichtes von über 20% entspricht.

30 Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, ein Verfahren zum Herstellen von Schaumfäden aus einem Polyester, einem Treibmittel und einem Zuschlagstoff zur Verfügung zu stellen, das eine gute Schaumwirkung erbringt, ohne den Polyester zu schädigen.

Diese Aufgabe wird durch das im Patentanspruch 1 gekennzeichnete Verfahren gelöst.

Die Verwendung von Polycarbonat bei der Herstellung von Polyesterfäden ist bereits aus der DE-OS 27 35 03 051 bekannt. Bei diesem Verfahren wird dem zu verspinnenden Polyester vor dem Verspinnen 3 bis 20 Gew.-Prozent eines Polycarbonates zugemischt, um das Wasserrückhaltevermögen durch Hohlräume in den Fäden zu erhöhen.

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren dagegen werden dem Polyester Natriumbicarbonat und Citronensäure sowie Polycarbonat zugemischt. Überraschenderweise hat sich gezeigt, daß der Zusatz des 40 Polycarbonates dem anderenfalls eintretenden Abbau der Schmelzviskosität des Polyesters entgegenwirkt. So wurde ein Molekulargewichtsabbau des Polyesters vom Einsatzpolymer bis zum fertigen Schaumfaden von weniger als 5% beobachtet. Die Verwendung von Natriumbicarbonat und Citronensäure als Treibmittel hat den Vorteil, daß sich diese Stoffe erst bei hohen Temperaturen zersetzen und toxikologisch unbedenklich sind. Auch Polycarbonat hat den Vorzug toxikologischer Unbedenklichkeit.

45 Zweckmäßigerweise wird das Treibmittel aus Natriumbicarbonat und Citronensäure in einer Menge von 0,15 bis 0,80 Gew.-Prozent des Polyesters und das Polycarbonat in einer Menge von 0,5 bis 2 Gew.-Prozent des Polyesters zugegeben.

Unter einem Treibmittel aus Natriumbicarbonat und Citronensäure wird dabei eine weitgehend beliebige 50 Mischung eines Alkalibicarbonates und der Citronensäure verstanden, bevorzugt in einem Gewichtsverhältnis 1:3 bis 3:1.

Vorzugsweise beträgt der Gehalt an Treibmittel 0,15 bis 0,4 Gew.-Prozent für Polyethylenterephthalat und 0,3 bis 0,6 Gew.-Prozent für Polybutylenterephthalat. Ein bevorzugter Gehalt an Polycarbonat ist jeweils 1,0 bis 1,5 Gew.-Prozent. Bei Polybutylenterephthalat liegt der notwendige Gehalt an Treibmittel und Polycarbonat etwas höher als bei Polyethylenterephthalat.

55 Der Gehalt an Drittsubstanzen zum Polyester sollte möglichst gering sein.

In weiterer Ausgestaltung der Erfindung ist vorgesehen, daß der Polyester, das Treibmittel und das Polycarbonat vor dem Aufschmelzen in Schnitzelform gemischt werden und hierbei das Treibmittel als Masterbatch, insbesondere in einem Polyolefin, zugegeben wird. Die Mischung der drei Komponenten kann

zum Beispiel in der Zuleitung zum Estruder erfolgen.

Das erfindungsgemäße Verfahren führt zu gut verarbeitbaren Schaumfäden (Endlosfilamenten oder Spinnfasern) als Teppichmaterial und auch als Füllmaterial für Bekleidung. Die Herstellung derartiger Teppich- bzw. Füllfasern durch Schmelzspinnen und Verstrecken erfolgt nach den bekannten Verfahren; die 5 Verfahrensparameter müssen nur geringfügig im Rahmen von Routineversuchen angepaßt werden. Bei der Verarbeitung der Schaumfäden mittels thermischer Prozesse ist zu beachten, daß sich die Isolierwirkung der Hohlräume auch in einer schlechteren Erwärmung der Schaumfäden auswirkt.

Beispielserie A

10

In einer Spinnanlage für Polyesterfasern wird Polyethylenterephthalat-Granulat, das nach üblichen Methoden getrocknet wurde, mit Natriumbicarbonat und Citronensäure in Form von Treibmittel-Masterbatch (HOSTATRON P 1941™) und Polycarbonat (MAKROLON 16063068™) gemischt, extrudiert und durch Spinndüsen mit rundem Lochquerschnitt versponnen.

15

20

25

Spinnbedingungen	A1	A2	A3	A4	A5	A6
Lochdurchmesser (mm)	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8
Spintiter (dtex)	30	30	30	30	30	30
Spinntemperatur (°C)	285	285	285	285	285	285
Abzugsgeschwindigkeit (m/min)	1000	1000	1000	1000	1000	1000
Hostatron P 1941™ (Gew % des Polyesters)	-	0,6	-	0,6	0,6	1,0
Polycarbonat (Gew % des Polyesters)	-	-	1,0	1,0	2,0	1,0
Ergebnis						
Dichte des Fadens (g/cm3)	1,34	1,31	1,34	0,97	0,92	0,92

Die Dichte des Fadens ist ein Maß für das Aufschäumen des Fadens. Die Beispiele zeigen, daß erst durch die gewählte Kombination von Treibmittel und Polycarbonat eine deutliche Verringerung der Dichte, d.h. ein deutlicher Hohlraumanteil des Fadens erreicht wird.

Beispielserie B

35

Es werden die gleichen Ausgangsstoffe wie in der Beispielserie A gewählt, wobei das Treibmittel HOSTATRON P™ 1941 in einer Menge von 0,6 Gew.-Prozent und Polycarbonat in einer Menge von 1 Gew.-Prozent des Polyesters zugemischt werden. In dieser Beispielserie werden Düsen unterschiedlicher Lochdurchmesser sowie verschiedene Spinntemperaturen und Abzugsgeschwindigkeiten untersucht.

40

45

Spinnbedingungen	B1	B2	B3	B4	B5	B6
Lochdurchmesser (mm)	0,4	0,8	1,0	1,2	0,8	0,8
Spintiter (dtex)	30	30	30	30	30	21
Spinntemperatur (°C)	285	285	285	285	295	285
Abzugsgeschwindigkeit (m/min)	1000	1000	1000	1000	1000	1400
Ergebnis						
Dichte des Fadens (g/cm3)	1,02	0,97	0,95	0,92	0,92	0,97

50

Beispielserie C

Die Ausgangsstoffe sind die gleichen wie in den Beispielserien A und B. Statt einer Spinndüse mit rundem Lochquerschnitt wird eine Hohlprofildüse verwendet.

55

	Spinnbedingungen	C1	C2
5	Spinntiter (dtex)	17	17
	Spinntemperatur (°C)	287	287
	Abzugsgeschwindigkeit (m/min)	1300	1300
	Hostatron P 1941™ (Gew.% des Polyesters)	-	0,6
	Polycarbonat (Gew.% des Polyesters)	-	1,0
Ergebnis			
10	Dichte des Fadens (g/cm3)	1,10	0,80

Beispielserie D

15 Es werden das gleiche Treibmittel und der gleiche Zuschlagstoff wie bei den vorhergehenden Serien verwendet. Statt Polyethylenterephthalat-Granulat wird jetzt jedoch Polybutylenterephthalat-Granulat verwendet.

	Spinnbedingungen	D1	D2	D3
20	Lochdurchmesser (mm)	1,2	1,2	1,2
	Spinntiter (dtex)	37	37	37
	Spinntemperatur (°C)	267	267	267
	Abzugsgeschwindigkeit (m/min)	1000	1000	1000
	Hostatron P 1941™ (Gew. % des Polyesters)	0,6	1,0	1,3
	Polycarbonat (Gew. % des Polyesters)	0,6	1,0	1,3
Ergebnis				
30	Dichte des Fadens (g/cm3)	1,26	1,15	1,04

Wie aus der Tabelle ersichtlich, führt bei Polybutylenterephthalat erst ein höherer Gehalt an Treibmittel und Polycarbonat zu einer entsprechenden Verringerung der Fadendichte als bei Polyethylenterephthalat.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Herstellen von Schaumfäden aus einem Polyester, einem Treibmittel und einem Zuschlagstoff, dadurch gekennzeichnet, daß als Treibmittel Natriumbicarbonat und Citronensäure und als Zuschlagstoff Polycarbonat verwendet werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Gehalt an Treibmittel 0,15 bis 0,80 Gew.-Prozent des Polyesters beträgt.
3. Verfahren nach Anspruch 2, bei dem der Polyester Polyethylenterephthalat ist, dadurch gekennzeichnet, daß der Gehalt an Treibmittel 0,15 bis 0,4 Gew.-Prozent des Polyesters beträgt.
4. Verfahren nach Anspruch 2, bei dem der Polyester Polybutylenterephthalat ist, dadurch gekennzeichnet, daß der Gehalt an Treibmittel 0,3 bis 0,6 Gew.-Prozent des Polyesters beträgt.
5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Gehalt an Polycarbonat 0,5 bis 2 Gew.-Prozent des Polyesters beträgt.
6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß der Gehalt an Polycarbonat 1,0 bis 1,5 Gew.-Prozent des Polyesters beträgt.
7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Polyester, das Treibmittel und das Polycarbonat vor dem Aufschmelzen in Schnitzelform gemischt werden und hierbei das Treibmittel als Masterbatch zugegeben wird.

8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Treibmittel als Masterbatch in einem Polyolefin, zugegeben wird.

Claims

- 5 1. A process for producing foam fiber from a polyester, a blowing agent and an additive, which comprises using sodium carbonate and citric acid as blowing agent and polycarbonate as additive.
- 10 2. The process of claim 1, wherein the level of blowing agent is from 0.15 to 0.80 percent by weight of the polyester.
- 15 3. The process of claim 2, wherein the polyester is polyethylene terephthalate and the level of blowing agent is from 0.15 to 0.4 percent by weight of the polyester.
- 20 4. The process of claim 2, wherein the polyester is polybutylene terephthalate and the level of blowing agent is from 0.3 to 0.6 percent by weight of the polyester.
- 25 5. The process of any one of the preceding claims, wherein the level of polycarbonate is from 0.5 to 2 percent by weight of the polyester.
- 30 6. The process of claim 5, wherein the level of polycarbonate is from 1.0 to 1.5 percent by weight of the polyester.
- 35 7. The process of any one of the preceding claims, wherein the polyester, the blowing agent and the polycarbonate are mixed in chip form - before melting - with the blowing agent being added in the form of a masterbatch.
- 40 8. The process of any one of the preceding claims, wherein the blowing agent is added in the form of a masterbatch in a polyolefin.

Revendications

- 35 1. Procédé pour la préparation de fibres alvéolaires à partir d'un polyester, d'un agent porogène et d'une matière supplémentaire, caractérisé en ce qu'on utilise en tant qu'agents porogène le bicarbonate de sodium et l'acide citrique, et en tant que matière supplémentaire le polycarbonate.
- 40 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la teneur en agent porogène est de 0,15 à 0,80 % en poids par rapport au polyester.
- 45 3. Procédé selon la revendication 2, selon lequel le polyester utilisé est le polyéthylènetéréphthalate, caractérisé en ce que la teneur en agent porogène est de 0,15 à 0,4 % en poids du polyester.
- 50 4. Procédé selon la revendication 2, selon lequel le polyester est le polybutylènetéréphthalate, caractérisé en ce que la teneur en agent porogène est de 0,3 à 0,6 % en poids du polyester.
- 55 5. Procédé selon une des revendications précédentes, caractérisé en ce que la teneur en polycarbonate est de 0,5 à 0,2 % en poids du polyester.
- 60 6. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que la teneur en polycarbonate est de 1,0 à 1,5 % en poids du polyester.
- 65 7. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le polyester, l'agent porogène et le polycarbonate sont mélangés sous forme de rognures avant la fonte et on ajoute l'agent porogène sous forme de mélange maître.
- 70 8. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'on ajoute le porogène en tant que mélange maître dans une polyoléfine.