

Sachbericht (Schlussbericht)


zum Verwendungsnachweis

zu FuE Vorhaben

Reg.-Nr.:	MF110085
FuE-Einrichtung:	Thüringisches Institut für Textil- und Kunststoff-Forschung
Titel:	Reaktive Kompatibilisierung von Polyamid - Poylester - Mischungen
Projektlaufzeit:	01.01.2012 – 31.12.2013

Rudolstadt, den 30.06.2014Name und Telefonnummer des Projektleiters: **Frances Stöckner, +49 (0) 3672-379 232**

Firmenstempel



Unterschrift des Projektleiters

Thüringisches Institut für
Textil- und Kunststoff-
Forschung e.V.
Breitscheidstraße 97
07407 Rudolstadt-Schwarz



rechtsverbindliche Unterschrift

Kurzbeschreibung zum FuE-Vorhaben

Reg.-Nr.: MF110085

Kurtztitel: Reaktive Kompatibilisierung von Polyamid-Polyester-Mischungen

Laufzeit: 01.01.2012 – 31.12.2013

Name und Anschrift des Zuwendungsempfängers

Thüringisches Institut für Textil- und Kunststoff-Forschung e.V.
Breitscheidstraße 97, 07407 Rudolstadt, Deutschland

Kurzfassung (Zielstellung, technische und wirtschaftliche Ergebnisse)

Ziel des Vorhabens war es, neue Werkstoffe mit neuen Eigenschaften aus bekannten und bereits auf dem Markt zugelassenen Materialien zu generieren. Dabei sollte Polyester mit Polyamid kombiniert werden, wobei die preislich attraktiven Polyester Polyethylterephthalat sowie Polybutylterephthalat und die Polyamide Polyamid 6 und Polyamid66 als Ausgangsmaterialien verwendet wurden. Dieses Vorhaben konnte insbesondere für den Bereich Bikomponentenfaserspinnen erfolgreich und innovativ umgesetzt werden. Mit der optimalen Einstellung der Spinnparameter sowie ausgewählten Polymer-Materialien und Kopplungsreagenzien gelang es Bikomponentenmultifilamente in den Kombinationen PET/PA6 sowie PET/PA66 auszuspinnen, deren Eigenschaftsprofil einer vorteilhaften Kombination der hohen Festigkeiten der Polyamide sowie dem hohen E-Modul von PET entspricht. Mit der Kombination dünner Polyamidmantel, dicker Polyesterkern besitzen die resultierenden Fasern durch das vergleichsweise niedrige Preisniveau der Hauptkomponente PET einen sehr attraktiven Preis.

Aus Untersuchungen im Bereich Spritzgussanwendungen konnten ebenso erste Resultate für den Ausbau vermarktungsfähiger Produkte erschlossen werden. Der Einsatz der kettenverknüpfender Additive eines Polycarbodiimids sowie dem 1,3-Phenylenbisoxazolin während der Extrusion führte zu einem deutlichen Anstieg von Festigkeit und E-Modul der hergestellten Spritzgusskörper. Die Eigenschaftsprofile verschiedener Polyamid Polyesterkombinationen lassen sich somit für den Anwendungsfall in Grenzen justieren. Die Verarbeitbarkeit der Schmelze hingegen konnte durch den Einsatz des verträglichkeitsvermittelnden, flüssigkristallinen Polyesterimid-dianhydrides wesentlich verbessert werden. Trotz guter Verarbeitbarkeit besitzen alle bisher hergestellten Prüfkörper eine sehr niedrige Bruchdehnung, was auf spröde Werkstoffeigenschaften hinweist.

Veröffentlichungen, Patentanmeldungen

Aus den Ergebnissen des Vorhabens sind aktuell keine Schutzrechtsanmeldungen hervorgegangen.

30. Juni 2014

Datum



Projektleiter



Rechtsverbindliche Unterschrift

Thüringisches Institut für
Textil- und Kunststoff-

Forschung e.V.

Breitscheidstraße 97

07407 Rudolstadt-Schwarz

1. Technisch-technologische Zielstellung des Vorhabens

Das Mischen und Blenden zweier, bereits auf dem Markt existierender Materialien bietet die Möglichkeit neue Werkstoffe mit maßgeschneiderten Eigenschaften zu generieren, ohne zeitaufwendige und kostenintensive Zulassungsbestimmungen erfüllen zu müssen.

Reizvoll ist eine Kombination der semikristallinen Thermoplasten Polyamid und Polyester auf Grund deren Unterschiede bezüglich Feuchtigkeitsaufnahme, Chemikalienbeständigkeit und Deformationsstabilität sowie Möglichkeiten zur Verbesserung der Festigkeitswerte insbesondere des Elastizitätsmoduls, der Anfärbbarkeit oder des Kostensenkungspotentials. Nachteilig ist deren schlechte Mischbarkeit, was zu spröden Materialien und geringeren Festigkeiten gegenüber den Monokomponentenmultifilamenten führt.

Eine Verbesserung der Verträglichkeit kann durch technische Prozessschritte bspw. spezielle Düsen-, Dosier- oder Mischvorrichtungen sowie maßgeschneiderte Co-Reagenzien erreicht werden. Kostensparender und für Anwender, bspw. Compoundeure attraktiver, ist der Einsatz von Kompatibilisierungsreagenzien, welche bei der Compoundierung/Blendherstellung zur chemischen Verknüpfung der Polymerketten eingesetzt werden.

Die Kopplung zwischen gleichen und unterschiedlichen Polymerketten erfolgt statistisch, da Polyamid sowie Polyester gleiche (Carboxyl-) bzw. ähnliche (nukleophile Amino- bzw. Hydroxyl-) Endgruppen besitzen. Im Zuge unerwünschter, aber unvermeidlicher Abbaureaktionen bei der Polymerverarbeitung unter Schmelzebedingungen sind Verknüpfungen zwischen gleichartigen Molekülketten prinzipiell nicht von Nachteil, jedoch tragen sie nicht zur Kompatibilisierung der Polymermischung bei. Um die Wahrscheinlichkeit einer Verknüpfung von Makromolekülen unterschiedlicher Polymertypen zu erhöhen, wurden neben den bifunktionellen, gezielt polyfunktionelle Koppler, d. h. mit mehr als zwei reaktiven Carbodiimid- sowie Epoxidgruppen eingesetzt und erprobt. Als neuartig wird die Untersuchung multifunktionaler Kopplungsreagenzien eingestuft, welche verschiedenen reaktive Gruppen, Oxazolin und Epoxid sowie Carbodiimid und Anhydrid - mit unterschiedlicher Spezifität besitzen sollen. Deren Synthese und Erprobung konnte für das System Oxazolin-Epoxid erfolgreich umgesetzt werden.

1 - 5 wt% Kompatibilizer wurden in einem 1:1 Polyamid/Polyester-Blend vorcompoundiert und zu Spritzgußprüfkörpern sowie im Mantel von Kern-Mantel-Bikomponentenmultifilamenten verarbeitet. Ziel war es, gut verarbeitbare, wenig spröde Materialien, mit hohen Festigkeitswerten zu erhalten. Für die Herstellung von Bikomponentenmultifilamenten galt es zusätzlich hohe Spinnengeschwindigkeiten von 3000 m/min sowie eine gleichmäßige Ausbildung des Mantels um den Kern zu erzielen.

2. Darstellung der erzielten Vorhabensergebnisse

Verfahren, Erzeugnisse, Produkte, technische Lösungen im Vergleich zum Stand der Technik bei Vorhabensabschluss

Die Durchführung der Arbeiten erfolgte wie im Arbeitsplan des Antrags beschrieben, worauf sich der vorliegende Bericht in zwei Teile gliedern lässt. Die erste Hälfte umfasst die Synthese verschiedenartiger Kompatibilizer, welche in einem zweiten Teil, neben kommerziell erhältli-

chen Kopplungsreagenzien in Polyamid-Polyester-Kombinationen zu Spritzgussprüfkörpern sowie Bikomponentenfilamenten verarbeitet wurden.

2.1 Synthese Kompatibilizer

Im Vordergrund stand, Koppler mit mindestens zwei unterschiedlichen, selektiv reagierenden Gruppen zu synthetisieren, um die Wahrscheinlichkeit einer Verknüpfung zwischen verschiedenen Polymertypen zu erhöhen. Erfolgreich synthetisiert und verarbeitet wurde ein gemischtes Oxazolin-Epoxid, dessen reaktive Gruppen Oxazolin und Epoxid, zum einen bevorzugt mit den Carboxyl- sowie Hydroxyl- und zum anderen mit den Aminoendgruppen des Polyesters bzw. Polyamid reagieren sollten. Ein weiterer Versuch zur Herstellung eines gemischten Anhydrid-Carbodiimids konnte nicht erfolgreich generiert werden.

Neben den multifunktionellen Kompatibilizern wurde ebenso ein im TITK entwickeltes flüssig kristallines Polyesterimidanhydrid untersucht, welches als in Polyamid sowie Polyester molekularverstärkend wirkendes Additiv bereits Anwendung findet. Über zwei reaktive Anhydridendgruppen ist es chemisch in der Polymermatrix fixierbar und wirkt somit ebenfalls kettenverknüpfend.¹

2.1.1 Synthese eines gemischten Epoxid-oxazolins

Als Kopplungsreagenz zwischen Additiv und Polymer wurde ein an der Doppelbindung epoxidisiertes Fettsäureoxazolin zur Verringerung von Migrationsprozessen unverträglicher Additive in einer Polymermatrix entwickelt.²

Die Modifizierung der auf nachwachsenden Rohstoffen basierenden Fettsäuren, wie Ölsäure oder Erucasäure, erfolgt über eine einfache Zweistufenreaktion aus dem Fettsäuremethylester zum Oxazolin und einer sich anschließenden Epoxidierung mit Essigsäureperoxid.

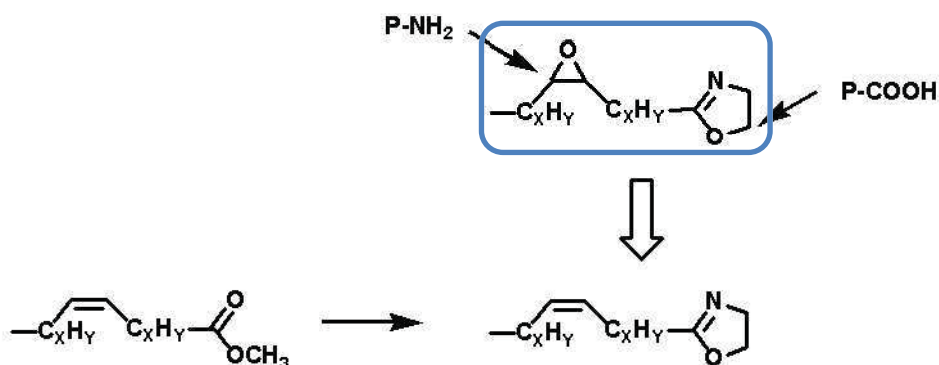


Abb. 1: Multifunktionelles Kopplungsreagenz Epoxid-oxazolin

Wird das Oxazolin in Schmelze am ehesten durch die Carbonsäureendgruppen beider Polymere geöffnet, reagiert die Epoxidgruppe bevorzugt mit der Aminoendgruppe des Polyamids. Trotz hohen Verarbeitungstemperaturen ist eine chemoselektive Verknüpfung von Polyamid und Polyester durchaus denkbar. Ebenso können sterische und elektronische Un-

¹ B. Riedel, H.-E. Seyfarth, E. Taeger, E. Meusel DE4342705, 1995.

² R. Strubl, K. Heinemann, J. Musch Chem. Fibers Int. 2004, 54, 6, 388-389.

terschiede zu kinetisch bevorzugten Produkten führen und somit bestimmt Polymerkombinationen begünstigen.

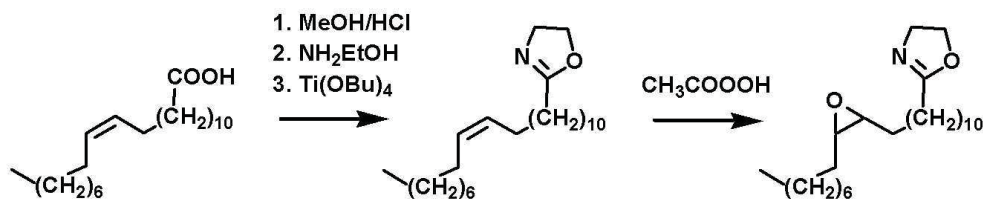


Abb. 2: Synthese Erucasäure-2-oxazolin

Synthesevorschrift:

Erucasäuremethylester

100 g Erucasäure werden mit 800 ml Methanol und 65 ml HCl versetzt und 3 Stunden am Rückfluss erhitzt. Nach dem Abkühlen wird das Methanol vom entstandenen Rohester abdekandiert, in 200 ml Ether aufgenommen und mit 100 ml einer 5%-igen K_2CO_3 -Lösung sowie zweimal mit Wasser extrahiert. Die organische Phase wird über $CaCl_2$ getrocknet, der Ether abdestilliert und der Ester im Vakuum fraktioniert.

Ausbeute: 80 g (77 %) Kp: 174 °C/ 0,9 mbar

Erucasäure-2-oxazolin

141 g Erucasäuremethylester, 41 g Ethanolamin und 1,4 g Titan-(IV)-butylat werden unter Stickstoff langsam auf 180 °C erhitzt und das bei der Umsetzung entstehende Methanol abdestilliert. Unter reduziertem Druck wird anschließend das überschüssiges Ethanolamin vollständig entfernt und der Rückstand aus Tetrachlorkohlenstoff umkristallisiert.

Ausbeute: 121 g (83 %) Fp: 75-78 °C (DSC)

IR: 1643 cm^{-1} (C=N), $1036, 1059\text{ cm}^{-1}$ (Oxazolin)

Erucasäureoxazolin-epoxid

23,67 g (0,0651 mol) Erucasäureoxazolin werden in Chloroform gelöst und unter Eiskühlung 36 g \approx 30 ml einer 39 %-igen Peroxy-essigsäure (0,18 mol CH_3COOOH) zugetropft. Anschließend wird die Lösung acht Stunden bei 40 °C und über Nacht bei Raumtemperatur gerührt. Die überschüssige Peroxyessigsäure wird im Vakuum abdestilliert und die Reaktionsmischung im Scheidetrichter mit einer Na_2SO_3 -Lösung sowie anschließend mit einer $NaHCO_3$ -Lösung und noch zweimal mit Wasser extrahiert. Nach dem Trocknen der organischen Phase über Na_2SO_4 wird diese komplett einrotiert und der Niederschlag im Vakuum getrocknet.

Ausbeute: 90 %

Der Grad der Epoxidierung wird über die Iodzahl bestimmt und erfolgt über die quantitative Bestimmung der Doppelbindung durch Halogenaddition. Bei vollständiger Epoxidierung ist daher ein Wert gegen null zu erwarten.

- Bestimmung der Iodzahl nach Kaufmann: Die Doppelbindung wird mit $NaBr/ Br_2$ bromiert und das Überschüssige Brom mit NaI reduziert. Das somit gebildete Iod wird quantitativ durch Titration mit $Na_2S_2O_3$ bestimmt.

Iodzahl = 0 $\mu\text{mol/g}$

2.1.2 Synthese eines gemischten Anhydrid-carbodiimids

Als neuartig gilt der Versuch zur Herstellung einer Verbindung mit den zwei unterschiedlichen reaktiven Gruppen Carbodiimid sowie Anhydrid. Neben der chemischen Reaktivität sollten hier zusätzlich sterische Effekte eine Rolle spielen, da die Carbodiimidgruppe stärker im Molekül abgeschirmt ist.

Dazu wurde in einem ersten Schritt *o*-Tolylisocyanat mit 3-Isopropenyl- α,α -dimethylbenzylisocyanat unter katalytischem Einfluss von 3-Methyl-1-phenyl-2-phospholen-1-oxid unter Abspaltung von CO₂ miteinander verknüpft. Die endständige Vinylgruppe sollte anschließend mit einem am Aromaten halogenierten Phthalsäureanhydrid durch eine Palladium katalysierte Heckreaktion gekoppelt werden.

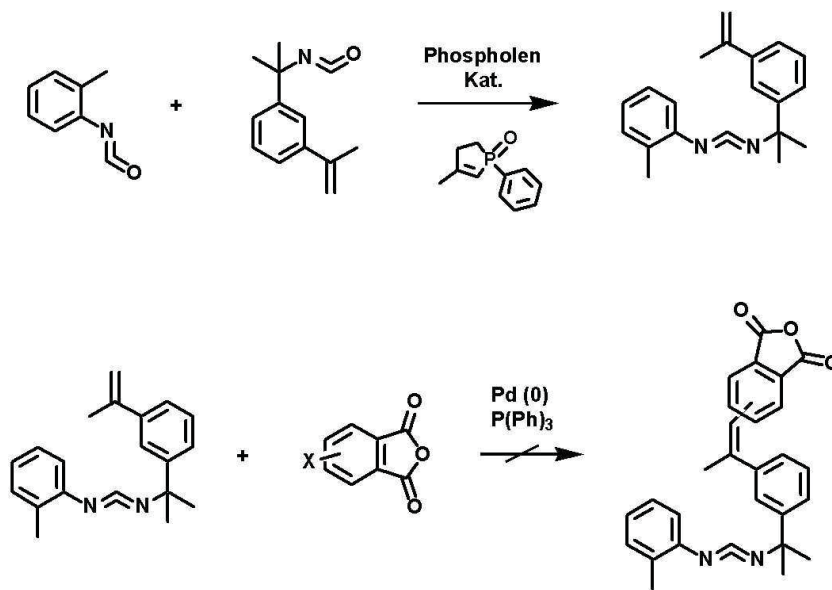


Abb. 3: Synthesepfad gemischtes Anhydrid Carbodiimid

Synthesevorschrift:

Carbodiimid

7 g (0,0526 mol) *o*-Tolylisocyanat und 10,58 g (0,0526 mol) 3-Isopropenyl- α,α -dimethylbenzylisocyanat (20,6 wt % NCO) werden mit 0,025 g (0,133 mmol) Katalysator lösungsmittelfrei auf 180 °C erhitzt und bei dieser Temperatur unter mäßiger Kohlendioxidentwicklung kondensiert. Nach 18 Stunden werden überschüssiges Isocyanat sowie der Katalysator bei 190 °C und 0,2 mbar abdestilliert. Der Rückstand wurde mittels NMR-Spektroskopie analysiert.

Da es nicht gelang das Carbodiimid in guten Ausbeuten und mit einer für katalytisch gesteuerte Kopplungsreaktionen, ausreichend hoher Reinheit zu erhalten, wurde dieser Reaktionsweg nicht weiter verfolgt. Dazu stand eine große Auswahl an kommerziell erhältlichen sowie zwei neuartige, im TITK synthetisierte Kettenverknüpfungsreagenzien für die folgenden Versuche bereits zur Verfügung.

2.1.3 Synthese eines Polyesterimid-dianhydrids

Der kompatibilisierende Effekt des anisotropen, halbsteifkettigen Polyesterimid-dianhydrids (PEIA) beruht neben der chemischen Kettenverknüpfung zwischen verschiedenen Polymeren durch seine Anhydridendgruppen, ebenso auf dessen molekularer Struktur. Durch aliphatische C6-Einheiten sowie aromatischen Sequenzen besitzt es eine gute Verträglichkeit zu den aliphatischen Polyamiden sowie den teilaromatischen Polyestern. Flexible Kettensegmente in den sonst starren flüssigkristallinen Polymeren, senken den Schmelzpunkt in Bereiche typischer thermoplastischer Verarbeitungstemperaturen.

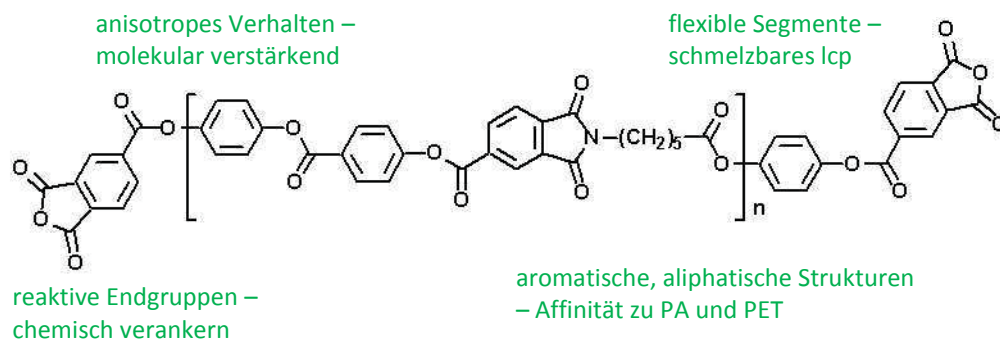


Abb. 4: Flüssigkristallines PEIA

Als Monomere dienen *p*-Acetoxybenzoesäure *p*-AOBS, Hydrochinondiacetat HDAC sowie 6-(4-Carboxyphthalimido)-*n*-hexansäure CPIHS, welche über eine Schmelzsekondensation unter Abspaltung von Essigsäure und der finalen Kondensation von Trimellitisäureanhydrid TMSA umgesetzt werden. Die Molmasse des statistisch verteilten Polymers, wird durch die zugegebene Menge an HDAC eingestellt.

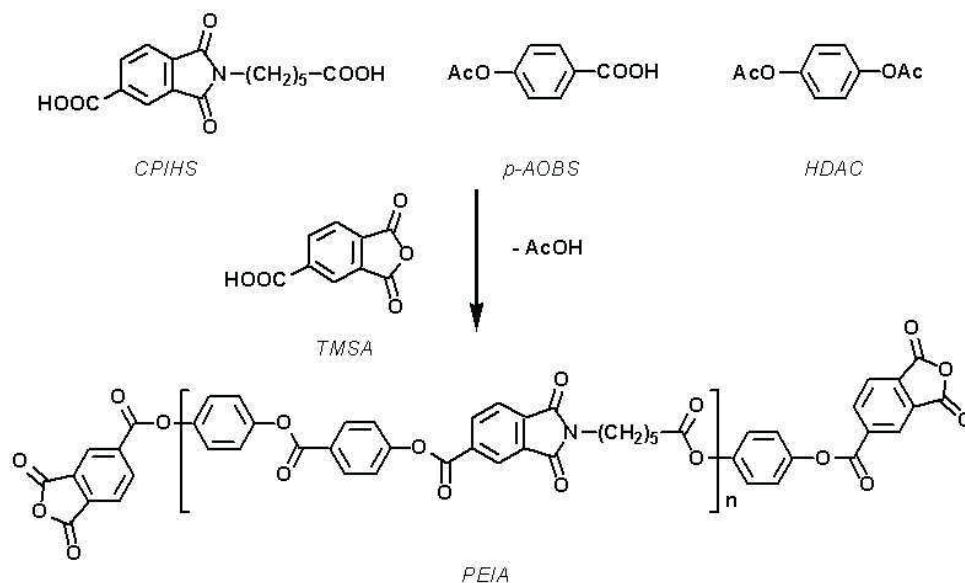


Abb. 5: Herstellung eines flüssigkristallinen Polyesterimid-dianhydrids PEIA

Synthesevorschrift:

Die Reaktion wird in einem 750 ml Reaktionsgefäß, mit Luftkühler (Destillierbrücke) und 250 ml Zweihalskolben, welcher mit Eiswasser zum Auffangen des Destillats gekühlt wird, durchgeführt. Gerührt wird mit einem Rührmotor, unter Aufzeichnung des Drehmomentes. Die Ausgangsstoffe werden gut durchmischt vorgelegt und vor Beginn der Polykondensation zwanzig Minuten mit Stickstoff gespült. In einem Metallbad erfolgt die Kondensation in einem Temperaturbereich zwischen 230 und 280 °C, wobei gegen Ende der Reaktion ein leichtes Vakuum < 10 mbar angelegt wird. Die Kontrolle des Reaktionsverlaufs erfolgt über die entstandene Essigsäure, wobei die zu erwartende Reaktionszeit etwa sechs Stunden beträgt. Nach beendeter Reaktion wird mit Stickstoff belüftet und die Schmelze ausgegossen.

Ausbeute: 240 g (97 %)

Analytik:

Die Berechnung der *Molmasse* erfolgt aus der volumetrisch ermittelten *Zahl der Endgruppen*.

- Carboxylgruppen: Für die quantitative Bestimmung der Carboxylendgruppen wird die Substanz in Benzylalkohol bei erhöhter Temperatur gelöst und die Lösung mit benzylalkoholischer KOH gegen Phenolrot bzw. mit potentiometrischer Endpunktindikation titriert.
- Acetylgruppen: Für die Zahl der Acetylendgruppen wird das PEIA mit Phosphorsäure und Xylol gekocht, die frei werdende Essigsäure mit Xylol abdestilliert und im Destillat titriert.
- Anhydridgruppen: Nach der Methode zur Bestimmung der Carboxylendgruppen wird neben den Carbonsäuren, eine Carbonsäuregruppe des Anhydrids mitbestimmt. Daher muss zusätzlich eine Titration mit KOH in Gegenwart von Wasser in Dioxan durchgeführt werden, wobei zwei Carboxylgruppen pro Anhydridgruppe erfasst werden. Die Differenz aus Hydrolysezahl und Säurezahl gibt somit den Wert der Anhydridgruppen.

Die Bestimmung der relativen *Lösungviskosität* erfolgt nach der DIN 53 728 in einem 1:1 Phenol/Dichlorbenzol-Gemisch.

Das *Schmelzeverhalten* wird an einem OLYMPUS BX50 Mikroskop mit Heiztisch und Polfilter untersucht.

	Anhydrid- endgruppen	Carboxyl- endgruppen	Acetyl- endgruppen	Molmasse	Schmelze- verhalten	LV
PEIA	155 µmol/g	222 µmol/g	5 µmol/g	8830 g/mol	T _E = 100 °C T _{Ic} = 120 °C T _K = 305 °C	1,1

Tab. 1: Ergebnisse der analytischen Untersuchung des hergestellten PEIAs

2.2 Spinnexperimente Bikomponentenfasern

Unter Nutzung einer kleintechnischen Schmelzspinnapparatur der Firma Fibre Extrusion Technologies UK wurden Kern-Mantel Bikomponentenmultifilamente generiert und untersucht. Ziel dieses Teils der experimentellen Arbeiten war es, Bikomponentenfilamente ökonomisch mit relativ hohen Spinnengeschwindigkeiten herstellen und verstrecken zu können, ohne Neigung zur Fibrillierung bzw. zur teilweisen oder kompletten Aufspaltung der Fäden. Zur Verbesserung der Adhäsionskräfte zwischen den zwei verschiedenen Polymeren in Kern und Mantel, wurden vorzugsweise im Mantelpolymer, Blends der gleichen Polymermischung eingearbeitet. Die Herstellung der Blends erfolgte in einem Doppelschneckenextruder Rheomex PTW16/25 der Firma Thermo, als 1:1 Polyamid-Polyester-Mischung mit verschiedenen Mengen Kopplungsreagenz.

Neben den im TITK synthetisierten flüssigkristallinen Poly(ether)imid-dianhydrid (PEIA) sowie multifunktionellen Erucasäureoxazolin-epoxid (EpOx) wurden als kommerzielle reaktive kettenverlängernde Additive, das bisfunktionelle Pyromellitsäuredianhydrid PDA (Sigma-Aldrich) sowie 1,3-Phenylenbisoxazolin PBO (TCI Chemicals), das tetrafunktionelle Tetraglycidyl-4,4'-methylene-dianilin TGMDA (Sigma-Aldrich) und das polyfunktionelle Polycarbodiimid (Stabaxol P, Rhein-Chemie) ausgewählt. Durch eine höhere Funktionalität größerer zwei soll die Wahrscheinlichkeit einer Verknüpfung unterschiedlicher Polymertypen, d. h. von Polyamid und Polyester erhöht werden, auch wenn Vernetzungsreaktionen und ein sich daraus resultierender Anstieg der Viskosität, für den Verarbeitungsprozess von Nachteil sein können.

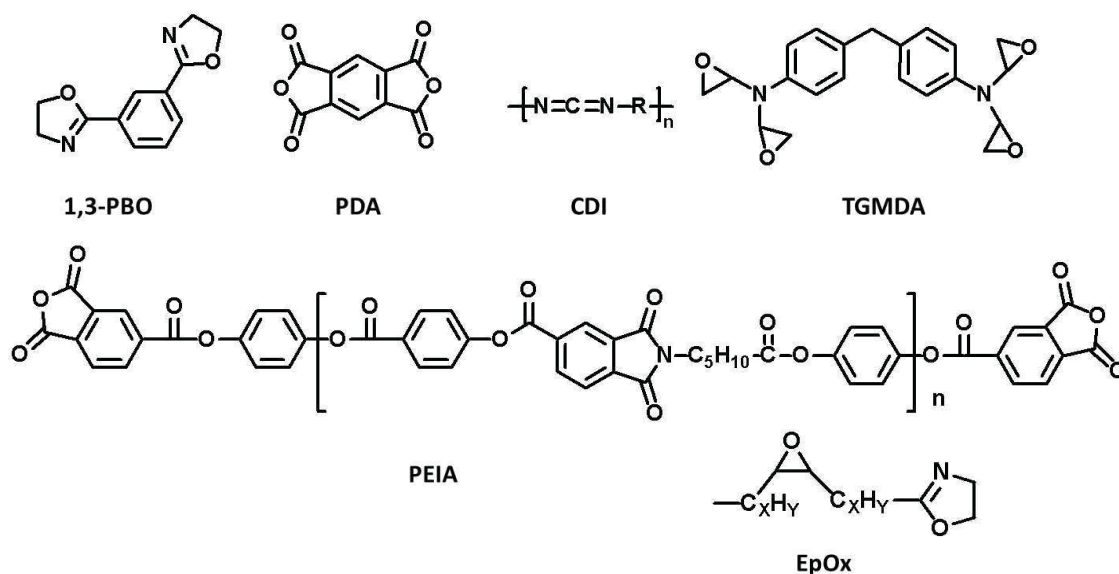


Abb. 6: Eingesetzte Kompatibilisierungsreagenzien

Neben den Kompatibilisierungsreagenzien wurde zusätzlich Toluolsulfonsäure in einem Blend verarbeitet. Deren Wirkung als Umesterungsreagenz in Schmelze kann ein Polyamid-Polyester-Mischpolymer bilden und somit als Verträglichkeitsvermittler in einer PA-PES-

Schmelze wirken.³

Als Polymere wurden typische Filamentspinngranulate mittlerer Viskosität ausgewählt, wobei ähnliche Schmelzeviskositäten für den Bikomponentenspinnprozess wichtig sind.

Polyamid	PA6 Domamid D27 (DOMO)	VN 145 cm ³ /g / LV 2,64	mp 220 °C
	PA6 B36 LN (BASF)	VN 217 cm ³ /g / LV 3,57	
	PA66 Ultramid A34 (BASF)	VN 177 cm ³ /g / LV 3,06	mp 260 °C
	PA66 Ultramid A3 (BASF)		
Polyester	PET RT 20 (Invista)	IV 0,655 / LV 1,37	mp 258 °C
	PBT Ultradur 2550 (BASF)	VN 107 / IV 0,925 / LV 1,54	mp 223°C
	PBT Ultradur 6550 (BASF)	VN 160	

Tab. 2: Ausgewählte Polymertypen für den Spinnprozess

In Vorversuchen wurde die Spinnbarkeit von Polyamid-Polyester-Bikomponentenfilamenten ohne Kompatibilizer getestet. Problemlos bei verschiedenen Kern/Mantel-Verhältnissen 1:1, 7:3, 9:1, mit Spinn Geschwindigkeiten von bis zu 5200 m/min, konnten Filamente einer PET/PA6 Kern-Mantel-Kombination versponnen werden. Die Herstellung und Verarbeitung von Blends mit Hilfe eines Kompatibilizers wurde daher vorrangig für die Versuche PET/PA66, PBT/PA6 sowie PBT/PA66 durchgeführt.

2.2.1 Herstellung Blend/ Compoundierung

Die Compoundierung erfolgte in einem Gleichläufigen Doppelschneckenextruder Rheomex PTW 16/25 der Firma Haake, unter Einstellung folgender Parameter:

- Schmelztemperatur 270 °C
- Mittlere Verweilzeit 50 sec
- Extruderdrehzahl 120 U/min
- Durchsatz 1 kg/h

Proben	Drehmoment [Nm]	Druck [bar]	Bemerkungen
Polymermischungen pur			
PET RT20 + PA66 A34	37-60	3-6	- dehnt sich nach Düsenaustritt leicht aus
PBT 6550 + PA66 A34	40-65	4-7	- dehnt sich nach Düsenaustritt stark aus - Compoundierung schwierig
PBT 6550 + PA6 B36LN	60-80	9-13	- dehnt sich nach Düsenaustritt stark aus - Dick/Dünnstellen durch Schmelzebrüche

³ L Z. Pillon, L A. Utracki Polym. Engin. Sci. 1984, 24, 17, 1300 - 1305.

Polymermischungen mit Stabaxol P			
PET RT20 + PA66 A34 + 2,3 % Stabaxol P	10-50	1-10	- dehnt sich nach Düsenaustritt leicht aus - klebt im Einzug
PBT 6550 + PA66 A34 + 3,1 % Stabaxol P	20-30	5-12	
PBT 6550 + PA6 B36LN + 2,6 % Stabaxol P	20-35	8-15	
<hr/>			
PET RT20 + PA66 A34 + 1,2 % Stabaxol P	18-40	3-10	- i. O. - raue Oberfläche aber gleichmäßig dick
PBT 6550 + PA66 A34 + 1,6 % Stabaxol P	20-35	4-13	
PBT 6550 + PA6 B36LN + 1,3 % Stabaxol P	28-37	6-12	
<hr/>			
Polymermischungen mit TGMDA			
PET RT20 + PA66 A34 + 0,4 % TGMDA	40-64	7-15	- i.O. - raue Oberfläche aber gleichmäßig dick
PBT 6550 + PA66 A34 + 0,5 % TGMDA	50-65	10-20	
PBT 6550 + PA6 B36LN + 0,4 % TGMDA	50-66	12-22	
<hr/>			
Polymermischungen mit 1,3-PBO			
PET RT20 + PA66 A34 + 1,5 % PBO	30-60	4-8	- i. O.
PBT 6550 + PA66 A34 + 2 % PBO	35-60	5-10	- schlecht kompatibelisiert, Dick-Dünnstellen, Abrisse durch Schmelzebrüche, läuft nur mit Kühlwalze direkt an Düse und Breitdrücken und Abziehen des
PBT 6550 + PA6 B36LN + 1,6 % PBO	35-45	5-10	
<hr/>			
Polymermischungen mit 1,4-PDA			
PET RT20 + PA66 A34 + 1,5 % PDA	25-50	0-2	- i. O.
PBT 6550 + PA66 A34 + 2 % PDA	20-40	0-1	- leicht braun, sehr spröde
PBT 6550 + PA6 B36LN + 1,6% PDA	15-30	0-1	

Tab. 3: Compoundierung PET/PA66, PBT/PA6, PBT/PA66

Die Compoundierung von Polyamid und Polyester ohne Zusatz eines Kompatibilizer verläuft relativ schwierig. Auf Grund der geringen Verträglichkeit kommt es bereits nach Austritt der Schmelze aus der Düse zu Strangaufweitung und Schmelzebrüchen, was in der Reihenfolge (PA6/PET) << PA66/PET < PA6/PBT << PA66/PBT zunimmt. Eine Verbesserung der Compoundiereigenschaften konnte hauptsächlich durch die tetra- bzw. multifunktionellen Kopplungsreagenzien TGMDA sowie Stabxol (Polycarbodiimid) erreicht werden. Die Verarbeitung von PET mit PA66 verbessert sich zusätzlich durch die Zugabe der bisfunktionellen Koppler PBO und PDA.

Die Compoundierung von Polyamid mit Polyester wird im Teil 2.3 der Verarbeitung zu Spritzgussprüfkörpern eingehender untersucht und ausgewertet.

2.2.2 Herstellung Bikomponentenmultifilamente

Die Verarbeitung erfolgte an einer FET-Bikomponentenschmelzspinnanlage mit Mengen von drei bis fünf Kilo Granulat und maximal möglichen Spinnengeschwindigkeiten von bis zu 5600 m/min. Als Referenz wurde neben den Bikomponentenmultifilamenten ohne Kompatibilizer, Monokomponentenmultifilamente ausgespinnen und deren Festigkeitswerte ermittelt.

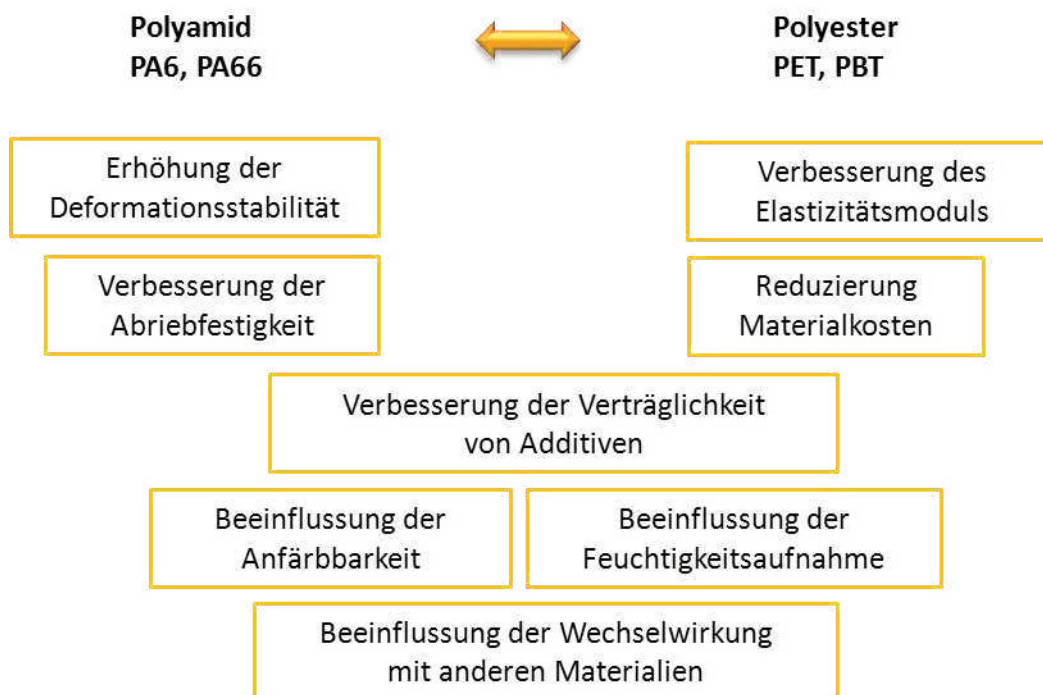


Abb. 7: Eigenschaften Polyamid und Polyester

Die gewünschte Zusammensetzung einer Polyamid-Polyester Kern-Mantel-Struktur muss anwendungsspezifisch und kundenorientiert von Fall zu Fall ausgewählt werden. Bietet Polyamid im Vergleich zu PET höhere Zug- und Abriebfestigkeiten sowie Deformationsstabilität, besitzt PET ein wesentlich höheres Elastizitätsmodul. Neben der Verbesserung mechanischer Parameter, lassen sich ebenso Eigenschaften bezüglich Feuchteaufnahme, Anfärbbarkeit oder deren Verträglichkeit mit Additiven sowie anderen Materialien steuern, wobei die Hydrophilie von Polyamid oder strukturelle Unterschiede, wie aromatische Sequenzen im Polyester eine Rolle spielen. Zusätzlich attraktiv sind die wesentlich geringeren Kosten von PET und somit eine Kombination PET-Kern mit einem möglichst dünnen Polyamidmantel. Neben den Polymerkosten reduziert sich mit der Manteldicke auch die Menge eventuell eingesetzter Additive, was insbesondere bei preisintensiven Substanzen ökonomisch ist.

Für alle erprobten Kombinationen stand ein stabiler Spinnverlauf bei hohen Abzugsgeschwindigkeiten im Vordergrund, wobei für großtechnisch, industrielle Prozesse relevante Spinnengeschwindigkeiten von 3000 m/min als Zielparameter gesetzt wurden.

Ein weiteres zu erfüllendes Kriterium ist das einheitliche Reißen von Kern und Mantel im Zugversuch, da es auf eine gute Haftung zwischen beiden hinweist. Wie gleichmäßig sich Kern und Mantel ausbilden, wurde über mikroskopischen Aufnahmen mittels REM bzw. Polarisationsmikroskop beurteilt. Angestrebte Feinheiten liegen bei 60 - 70 dtex, was einem Einzeltiter von 2,5 - 3 dtex entspricht.

Eine wesentliche Verbesserung der Spinnereigenschaften konnte durch den Einsatz zwei unterschiedlicher Düsen in Kern und Mantel entwickelt werden, da bei Kern/Mantel-Verhältnissen von 9:1, 8:2 bzw. 7:3 im Kern ein wesentlich höherer Durchsatz bei gleichen Fließgeschwindigkeiten wie im wesentlich dünneren Mantel erreicht werden müssen. Als optimales Düsenpaket erwies sich eine Kombination zweier 24 Loch-Düsen mit Durchmessern der Bohrung im Kern von 800 µm sowie im Gesamtdüsenpaket von 400 µm.

Mit diesen Einstellungen wurden folgende in Tab. 4 aufgelistete Spinnversuche getestet, wobei Extruder- und Düsentemperaturen sowie Menge an zugesetztem Blend Polyamid/Polyester/Kompatibilizer zusätzlich variiert wurden.

Erfolgreich ausgesponnene Polyamid-Polyester-Kombinationen wurden bezüglich deren Festigkeitsparameter sowie mikroskopische Untersuchungen charakterisiert.

Kern	Mantel	K/M	Kompatibilizer Kern	Ergebnis
PET	PA6	9:1	-	läuft
		8:2	-	läuft
		7:3	-	läuft
		1:1	-	läuft
		8:2	PDA	Kurzspule
		8:2	EsEpOx	läuft nicht
		8:2	PEIA	läuft
PET	PA66	9:1	-	läuft
		7:3	-	läuft nicht
		1:1	-	läuft
		8:2	-	Kurzspule
		8:2	Stabaxol P	läuft nicht
		8:2	TGMDA	läuft nicht
		8:2	PBO	läuft nicht
		8:2	PDA	Kurz Spule
		8:2	PEIA	läuft
		8:2	PA6/6T	läuft
		8:2	ToISO ₃ H	Kurzspule
		8:2	EsEpOx	läuft nicht
PA66	PET	1:1	-	läuft
PBT	PA6	9:1	-	Kurzspule
		1:1	-	Kurzspule
		8:2	-	läuft

		8:2	1,4-PDA	läuft
		8:2	EsEpOx	läuft
		8:2	PEIA	läuft nicht
		8:2	ToISO ₃ H	läuft nicht
		8:2	TGMDA	läuft nicht
		8:2	1,3-PBO	läuft nicht
		8:2	Stabaxol P	läuft nicht
PA6	PBT	9:1	-	läuft nicht
		1:1	-	läuft nicht
PBT	PA66	8:2	-	läuft (instabil)
		8:2	1,4-PDA	läuft nicht
		8:2	PEIA	läuft nicht
		8:2	EsEpOx	läuft nicht
		8:2	ToISO ₃ H	läuft nicht
		8:2	TGMDA	läuft nicht
		8:2	Stabaxol P	läuft nicht
		8:2	1,3-PBO	läuft nicht

Tab. 4: Übersicht aller durchgeführten Spinnexperimente unterschiedlicher K/M-Verhältnisse, Polymer-Zusammensetzungen und Kompatibilizer

2.2.2.1 PET / PA6 – Bikomponentenmultifilamente

Unter Optimierung der Spinnbedingungen gelang es PET/PA6 Kern-Mantel-Kombinationen in den Volumenverhältnissen 1:1, 7:3, 8:2 sowie 9:1 bei Spinnengeschwindigkeiten von 3000 sowie 4000 m/min zu verspinnen.

Kern	Mantel	Festigkeit [cN/tex]	Dehnung [%]	E-Modul [MPa]
PET RT20		23,7	87	4887
PA6 D27		40,7	64	2653
50% PET RT20	50% PA6 D27	33,3	85	4429
70% PET RT20	30% PA6 D27	33,0	91	4933
90% PET RT20	10% PA6 D27	33,5	85	5624

Tab. 5: Festigkeitswerte bei 4000 m/min

Kern	Mantel	Festigkeit [cN/tex]	Dehnung [%]	E-Modul [MPa]
PET RT 20		20,5	137	3218
PA6 D27		33,1	105	2372
80% PET RT20	20% PA6 D27	27,6	141	3111
50% PET RT20	50% PA6 D27	26,4	129	2773

Temp. Mantel auf Zone1-Zone4: 220/230/240/250 °C Düse: 260 °C

Temp. Kern auf Zone1-Zone4: 285/280/275/270 °C Düse: 270 °C Düsenpaket: 270 °C

Tab. 6: Festigkeitswerte bei 3000 m/min

Die Ummantelung des PET-Kerns mit Polyamid führt unabhängig dem Kern-Mantel Verhältnis, d. h. der Manteldicke zu einer Erhöhung der Festigkeiten um nahezu 30 %. Im Vergleich dazu steigt der E-Modul mit zunehmendem Kerndurchmesser um bis zu 15 % an.

Mit dem Ziel die Festigkeiten weiter auf PA6-Niveau zu steigern, erfolgte in weiteren Versuchen die Einarbeitung des molekular verstärkend wirkenden PEIAs im PA6-Mantel. Neben verschiedenen Konzentrationen an PEIA wurden die Temperatureinstellungen des Düsenpakets zwischen 250 und 285 °C (T_{var} , Tab. 7) variiert. Bei den bisher durchgeführten Versuchen konnte jedoch keine weitere Verbesserung der Werte erreicht werden.

Kern	Mantel	T_{var}	Festigkeit [cN/tex]	Dehnung [%]	E-Modul [MPa]
80% PET RT20	20% PA6 D27	250	27,2	121	3563
80% PET RT20	20% PA6 D27 1% PEIA	250	28,9	118	3995
80% PET RT20	20% PA6 D27 3% PEIA	250	20,9	107	3810
80% PET RT20	20% PA6 D27	285	28,1	119	4025
80% PET RT20	20% PA6 D27 1% PEIA	285	27,8	120	4195
80% PET RT20	20% PA6 D27 3% PEIA	285	22,8	119	3698

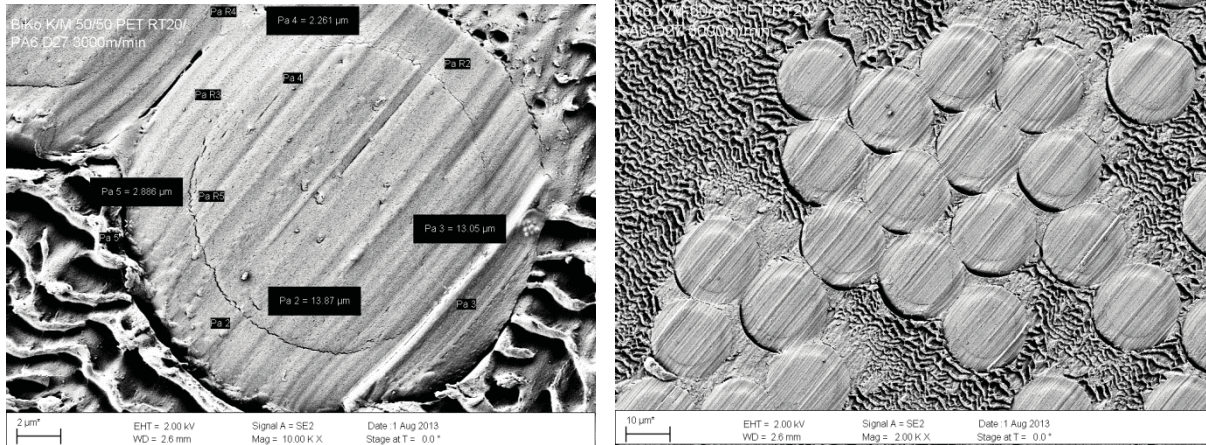
Temp. Mantel auf Zone1-Zone4: 240/250/ T_{var} / T_{var} °C Düse: 260 °C

Temp. Kern auf Zone1-Zone4: 285/280/275/270 °C Düse: 270 °C Düsenpaket: 270 °C

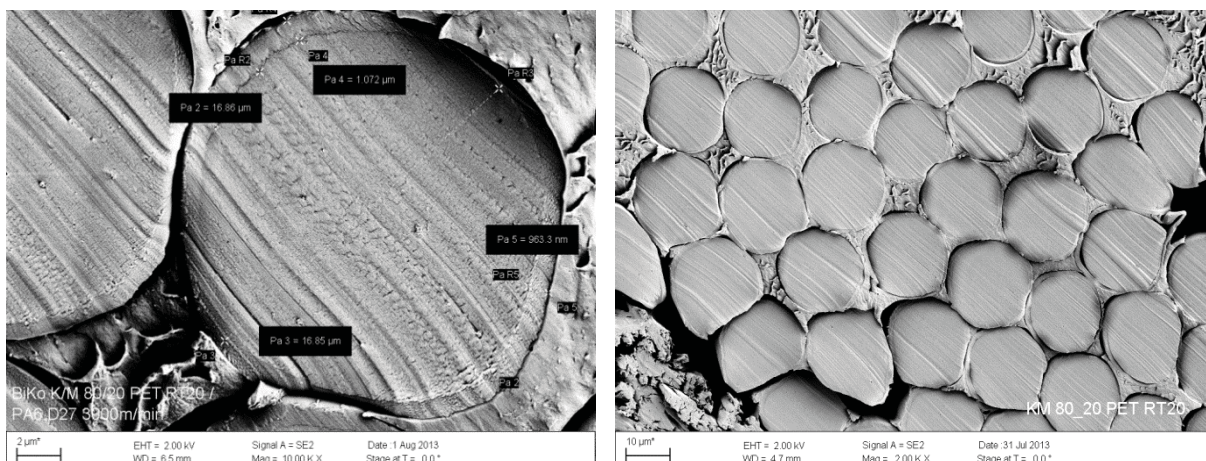
Tab. 7: Festigkeitswerte Zusatz PEIA bei 3000 m/min

Die Gleichmäßigkeit der Ausbildung von Kern und Mantel wurde am Faserquerschnitt mittels Rasterelektronenmikroskopie an einem Mikroskop Auriga TM Crossbeam-Basis-System der Firma Zeiss untersucht. Mantel und Kern bilden sich gleichmäßig entsprechend dem ge-

wünschten eingestellten Volumenverhältnis zueinander aus. (Abb. 8) Auftretende Deformationen des Rundprofils im Querschnitt können aus der Probenpräparation resultieren, wobei diese in einem lichthärtenden Methacrylatharz eingebettet und in einem Mikrotom geschnitten wurden.



K/M 50/50 PET RT20/PA6 D27 ($d_{\text{kern}} \approx 13,5 \mu\text{m}$, $d_{\text{ges}} \approx 18,5 \mu\text{m} \rightarrow V\text{-Verhältnis} \approx 1$)



K/M 80/20 PET RT20/PA6 D27 ($d_{\text{kern}} \approx 16,8 \mu\text{m}$, $d_{\text{ges}} \approx 18,8 \mu\text{m} \rightarrow V\text{-Verhältnis} \approx 4$)

Abb. 8: REM-Bilder PET/PA6 Kern-Mantel BiKo-Filamente

PA6 und PET konnten bei den ermittelten Spinnbedingungen sehr gut in verschiedenen Volumenverhältnissen unter gleichmäßiger Ausbildung von Kern und Mantel miteinander versponnen werden. Liegen die resultierenden Festigkeiten unabhängig vom Verhältnis Kern/Mantel zwischen den Niveaus der PA6- und PET-Monokomponentenmultifilamente, steigt der E-Modul mit zunehmendem Kerndurchmesser über das hohe Niveau von PET hinaus. Der Preis einer solchen Faser kann durch einen entsprechend dünnen PA-Mantel durch das wesentlich kostengünstigere PET stark reduziert werden.

2.2.2.2 PET / PA66 – Bikomponentenmultifilamente

Unter Optimierung der Spinnbedingungen ließ sich ein PET/PA66 Bikomponentenmultifilament bei Abzugsgeschwindigkeiten von 3000 m/min als Kurzspule verspinnen. Eine weitere

Verbesserung der Spinneneigenschaften sowie die Anhebung der Festigkeitswerte um bis zu 25 % gelingt mit der Einarbeitung des PET/PA66/PDA-Compounds sowie des Polyesterimidi-anhydrids (PEIA) im Mantel. Resultieren die schlechten Festigkeitswerte einer PA66/PET-Bikomponentenfaser aus der Unverträglichkeit beider Polymere, wurden diese mit steigender Menge PDA-Blend bzw. bereits kleinen Mengen PEIA deutlich verbessert. Ebenso können die höherschmelzenden PEIAs sowie Blends nukleierend auf die Kristallisation der Polymer-schmelze wirken und somit zu einer weiteren Verbesserung der Festigkeitswerte führen.

Wie für eine Kern/Mantel PET/PA6 -Mischung bereits beschrieben, bleibt auch hier der Festigkeitswert unabhängig dem Verhältnis Kern-Mantel konstant, der E-Modul steigt jedoch mit zunehmenden Durchmesser des PET-Kerns.

Wird statt PET, PA66 als Kernmaterial eingesetzt und mit PET ummantelt, resultieren weit höhere Festigkeiten als dies in einem Kern/Mantel PET/PA66 Bikomponentenmultifilament der Fall ist.

Kern	Mantel	Festigkeit [cN/tex]	Dehnung [%]	E-Modul [MPa]
PET RT 20		20,5	137	3218
PA66 A34		19,8	112	1164
80% PET RT20	20% PA66 A34	10,9	170	2674
80% PET RT20	16% PA66 A34 4% PDA Blend	11,8	202	2700
80% PET RT20	14 PA66 A34 6% PDA Blend	18,5	172	2783
80% PET RT20	12% PA66 A34 8% PDA Blend	23,8	165	3220
80% PET RT20	19% PA66 A34 1% PEIA	25,9	151	3323
50% PET RT20	50% PA66 A34	11,9	96	3071
50% PA66 A34 ¹	50% PET RT20 ¹	20,3	146	3249

Temp. Mantel auf Zone1-Zone4 250/260/270/280 Die-290 Pack 290°C

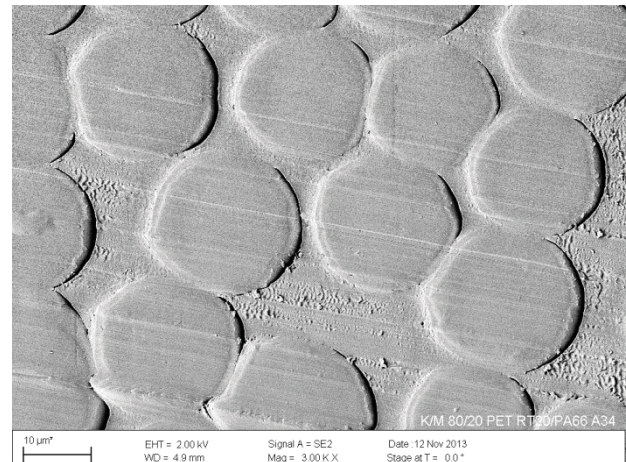
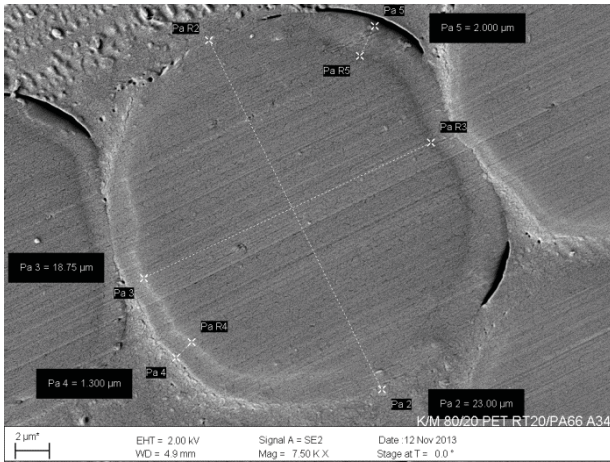
Temp. Kern auf Zone1-Zone4 275/280/285/290 Die-290°C

¹ Temp. Mantel auf Zone1-Zone4 275/280/285/290 Die-290°C

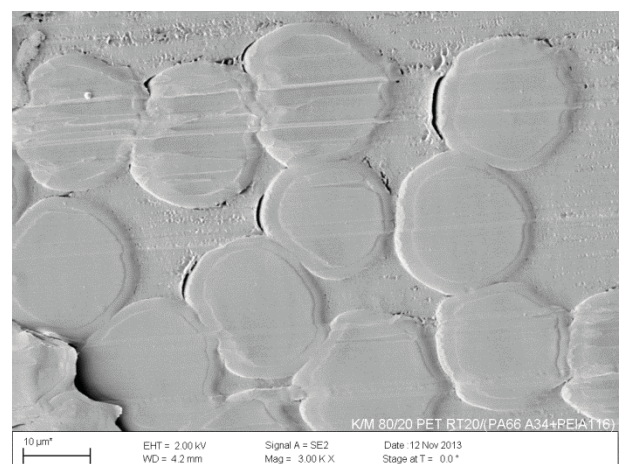
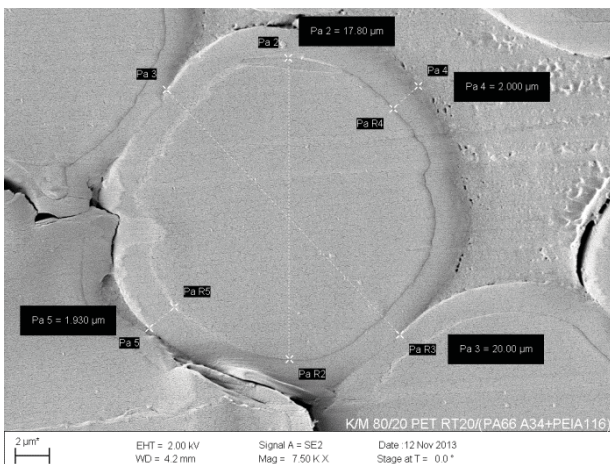
¹ Temp. Kern auf Zone1-Zone4 250/260/270/280 Die-290 Pack 290°C

Tab. 8: Festigkeitswerte bei 3000 m/min

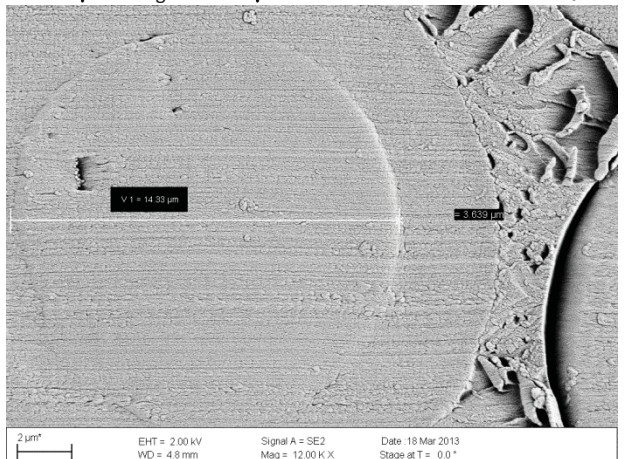
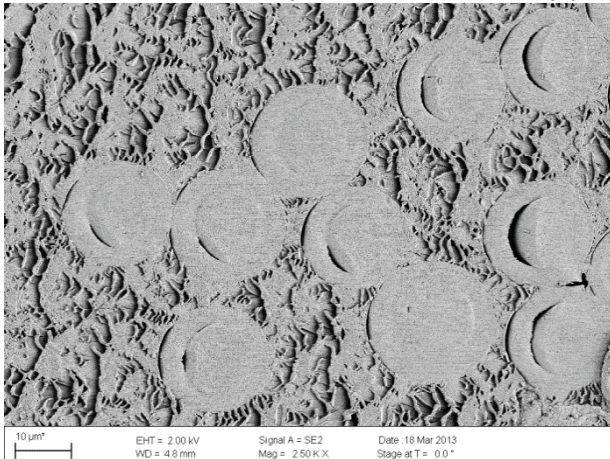
Die mittels REM-Mikroskopie untersuchten Filamentquerschnitte weisen eine gleichmäßige Verteilung von Kern und Mantel in den gewünschten Volumenverhältnissen 8:2 bzw. 1:1 auf.



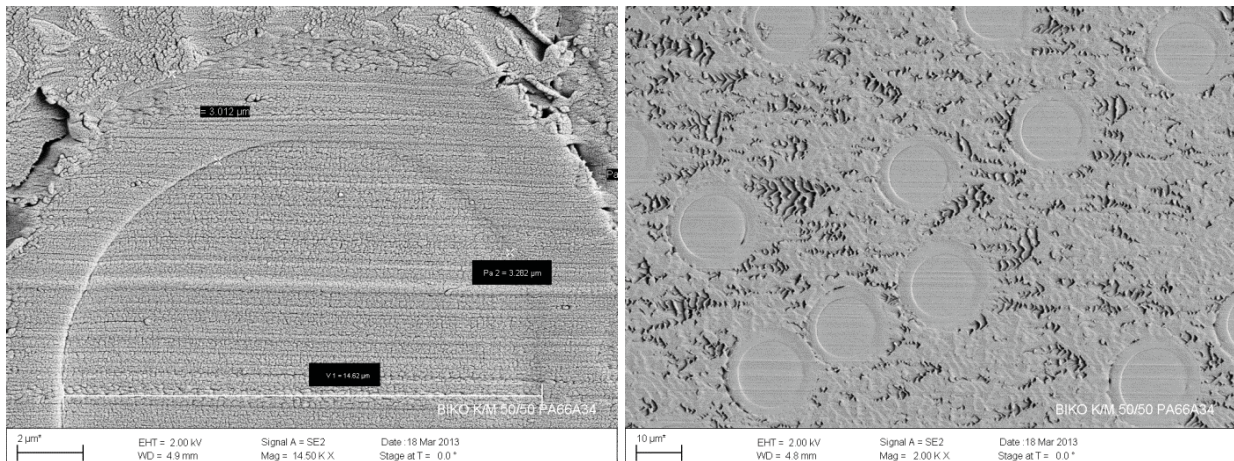
K/M 80/20 PET RT20/PA66 A34 ($d_{\text{kern}} \approx 19 \mu\text{m}$, $d_{\text{ges}} \approx 21,25 \pm 0,25 \mu\text{m} \rightarrow \text{Verhältnis} \approx 4 \pm 0,5$)



K/M 80/20 PET RT20/(PA66 A34+ 5% PEIA) ($d_{\text{kern}} \approx 19 \mu\text{m}$, $d_{\text{ges}} \approx 22 \mu\text{m} \rightarrow \text{Verhältnis} V \approx 3,5$)



K/M 50/50 PET RT 20/PA66 A34 ($d_{\text{kern}} \approx 14,3 \mu\text{m}$, $d_{\text{ges}} \approx 21,5 \mu\text{m} \rightarrow \text{Verhältnis} V \approx 1,2$)



K/M 50/50 PA66 A34/PET RT 20 ($d_{\text{Kern}} \approx 14,6 \mu\text{m}$, $d_{\text{ges}} \approx 20,7 \mu\text{m}$ → Verhältnis $V \approx 1$)

Abb. 9: REM-Bilder PET/PA66 Kern-Mantel BiKo-Filamente

Durch den Einsatz der Kompatibilizer PDA, PEIA gelingt es somit Kern/Mantel-PET/PA66 Bi-komponentenfäden mit einer Kombination aus hohen Festigkeiten und hohem Modul herzustellen. Somit resultiert eine PA66-Faser deren Kosten durch die Hauptkomponente PET im Kern, weit unter denen für PA66 herabgesenkt wird.

2.2.2.3 PBT / PA6 – Bikomponentenmultifilamente

Weitaus schwieriger lässt sich ein stabiler Spinnprozess einer Kombination PA6/PBT umsetzen. Lediglich Kurzspulen konnten durch den Zusatz eines PA6/PBT-PDA sowie PA6/PBT-ErOxEp Blends im Mantel ausgespinnen werden. Die hieraus resultierenden Zugfestigkeiten liegen niedriger als das Niveau der jeweiligen Monokomponentenmultifilamente, mit einem E-Modul unter dem Wert für PBT. Trotz Abnahme der Festigkeiten besitzen diese eine relativ geringe Dehnung entsprechend PBT, d. h. geringer als PA6, was möglicherweise aus den hohen Adhäsionskräften zwischen Kern und Mantel resultiert.

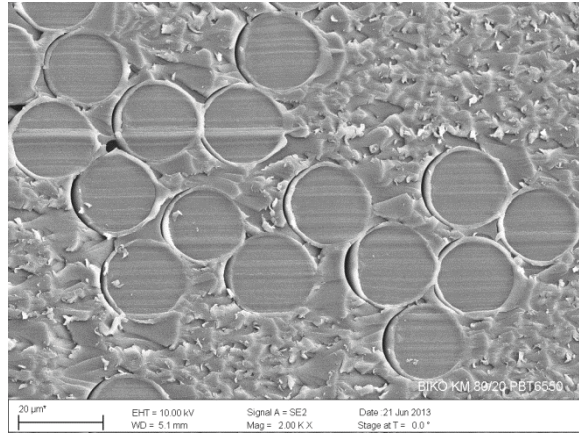
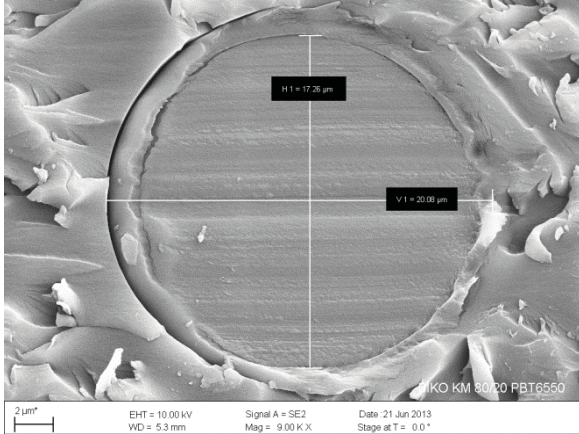
Kern	Mantel	Festigkeit [cN/tex]	Dehnung [%]	Modul [MPa]
PBT 6550		28,2	64	3445
PA6 D27		33,1	105	2372
80% PBT 6550	20% PA6 D27	15,1	76	3031
80% PBT 6550	20% PA6 D27 4% PDA-Blend	15,4	76	3156
80% PBT 6550	20% PA6 D27 4% ErOxEp-Blend	15,4	75	3284
50% PBT 6550	50% PA6 D27	28,9	104	2369

Temp. Mantel auf Zone1-Zone4 245/250/255/260 Die-260°C

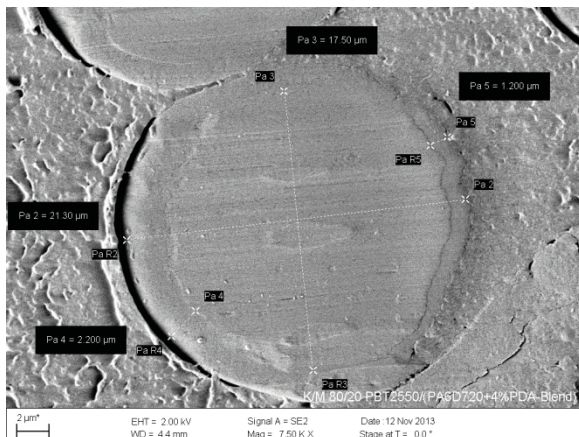
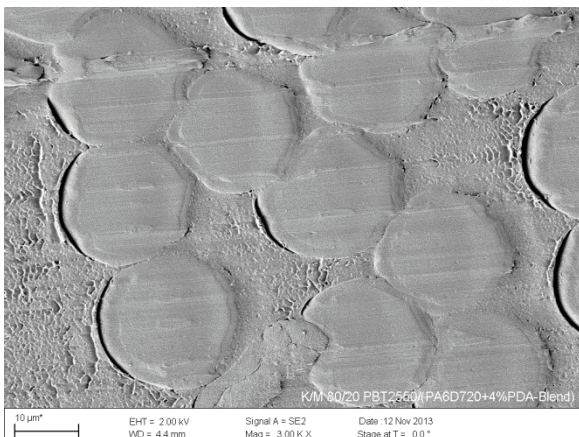
Temp. Kern auf Zone1-Zone4 245/250/255/260 Die-260 Pack 260°C

Tab. 9: Festigkeitswerte bei 3000 m/min

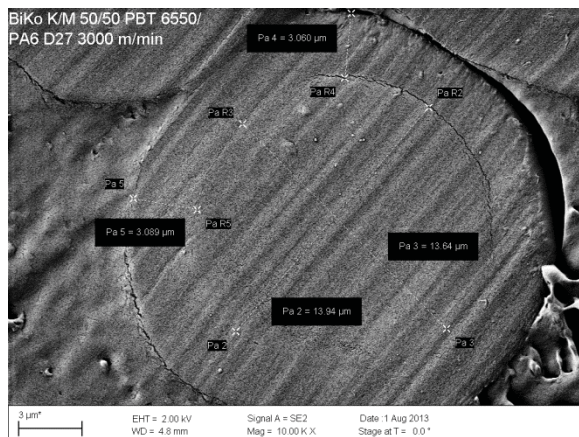
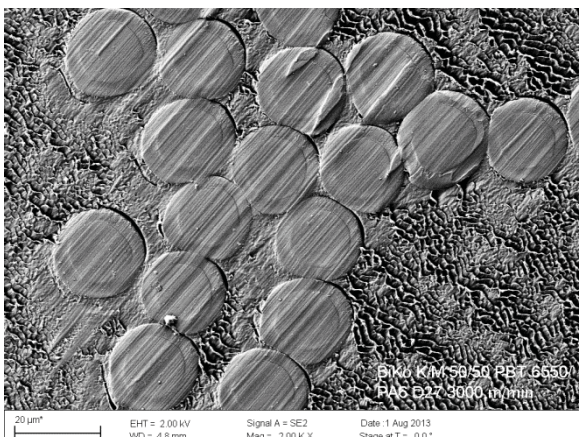
Die Betrachtung der Filamentquerschnitte im Rasterelektronenmikroskop zeigt das Kern und Mantel im gewünschten Volumenverhältnis 8:2 bzw. 1:1 zueinander ausgebildet sind. Feuchtigkeit im Einbettungsmittel führt in den abgebildeten Aufnahmen zu einem verschmieren der Schnittkanten.



K/M 80/20 PBT 6550/PA6 D27 ($d_{\text{Kern}} \approx 17 \mu\text{m}$, $d_{\text{ges}} \approx 19 \mu\text{m} \rightarrow \text{Verhältnis } V \approx 4$)



K/M 80/20 PBT 6550/(PA6D27+4% PDA-Blend) ($d_{\text{Kern}} \approx 17 \mu\text{m}$, $d_{\text{ges}} \approx 19 \mu\text{m} \rightarrow \text{Verhältnis } V \approx 4$)



K/M 50/50 PBT 6550/PA6 D27 ($d_{\text{Kern}} \approx 14 \mu\text{m}$, $d_{\text{ges}} \approx 20 \mu\text{m} \rightarrow \text{Verhältnis } V \approx 1$)

Abb. 10: REM-Bilder PBT/PA6 Kern-Mantel BiKo-Filamente

2.2.2.4 PBT / PA66 – Bikomponentenmultifilamente

In der Reihenfolge PA6/PET > PA66/PET > PA6/PBT > PA66/PBT nimmt die Verspinnbarkeit der Polymere miteinander zu einem Kern-Mantel-Bikomponentenmultifilament ab.

Aus einer Kombination PA66 UltramidA34 mit dem niedrigviskosen PBT Ultradur 2550 konnte eine Kurzspule ausgesponnen werden, wobei durch die Einarbeitung von Kompatibilizern keine weiteren Verbesserungen erzielt werden konnten.

Kern	Mantel	Festigkeit [cN/tex]	Dehnung [%]	Modul [MPa]
PA66 A34		19,8	112	1164
PBT 2550		30,7	57	1343
80% PBT 2550	20% PA66 A34	9,1	280	2124

Temp. Mantel auf Zone1-Zone4 250/260/270/270 Die-280°C

Temp. Kern auf Zone1-Zone4 240/250/260/270 Die-280 Pack 280°C

Tab. 10: Festigkeitswerte bei 3000 m/min

Neben einer geringen Zugfestigkeit besitzt das ausgesponnene Filament im Vergleich zur PA6/PBT-Faser mit einer geringen Dehnung von 76 %, eine sehr hohe Dehnung. Diese resultiert vermutlich aus einer schlechteren Haftung zwischen beiden Phasen. Betrachtet man dazu das Kraft-Dehnungsdiagramm der PBT/PA66-Faser, weist dieses bereits ein erstes Maximum der Kraft bei einer Dehnung von 100 % auf, bevor der Faden bei 300 % reißt.

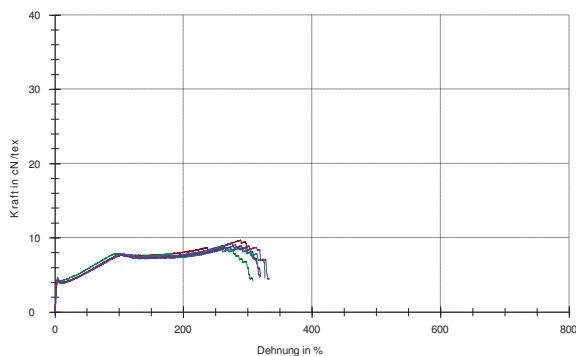
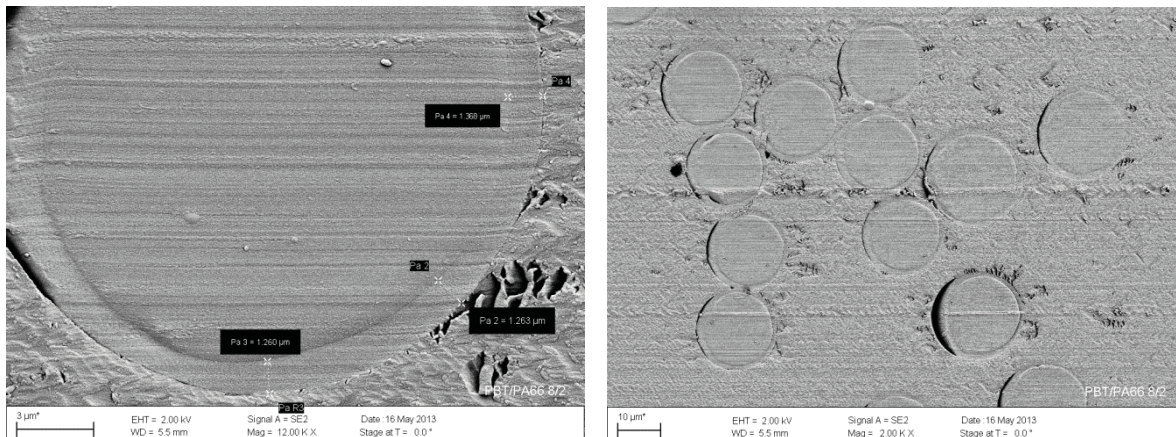


Abb. 11: Kraft-Dehnungs-Diagramm Zugprüfung PBT/PA66

Der Querschnitt der Bikomponentenfaser der REM-Aufnahmen zeigt eine gleichmäßige Verteilung von Kern und Mantel, aus dessen Durchmesser bzw. Dicke sich das gewünschte Volumenverhältnis 8:2 berechnen lässt.



K/M 80/20 PBT 2550/PA66 A34

Abb. 12: REM-Bilder PBT/PA66 Kern-Mantel BiKo-Filamente ($d_{\text{Kern}} \approx 18 \mu\text{m}$, $d_{\text{ges}} \approx 20 \mu\text{m} \rightarrow$ Verhältnis $V \approx 4$)

2.3 Spritzgussverarbeitung

Neben der Herstellung von Bikomponentenmultifilamenten wurde die Verarbeitung von Polyamid-Polyestermischungen für Spritzgussanwendungen untersucht. Die Compoundierung erfolgte in einem Doppelschneckenextruder Rheomex PTW16/25 der Firma Thermo, die Herstellung der Prüfkörper (90x20x2)mm mit einem Spritzgussautomat HAAKE Minijet II der Firma Thermo.

Typische Effekte welche bei der Granulierung nicht mischbarer Polymere nach dem Austreten aus der Düse auftreten, sind Strangaufweitung und Schmelzebruch, da hier durch Druck- und Spannungsfreiheit die ausgerichteten Molekülketten ihre statistische räumliche Lage wieder einnehmen. Bei thermodynamischer Unverträglichkeit bilden die Einzelkomponenten Mehrphasensysteme aus, welche in der Grenzschicht beider Phasen nur gering wechselwirken, woraus zusätzlich schlechte mechanische Eigenschaften wie Reißkraft und Dehnung resultieren. Am stärksten treten die aufgezählten Effekte bei einer 1:1 Mischung zweier unterschiedlicher Polymere auf, welche hier unter Einsatz einer Vielzahl unterschiedlicher Kompatibilizer untersucht wurde.

Als Materialien dienten die bereits in den Spinnversuchen verwendeten Polymere: PA6 D27, PA66 A34, PET RT20, PBT 2550 sowie Additive: 1,4-PDA, PEIA, ToISO₃H, 1,3-PBO, Stabaxol P und TGMDA. Letzteres konnte auf Grund der zu hohen Viskosität der resultierenden Polyamid/Polyester-Compounds, durch zu starke Vernetzung nicht zu Prüfkörpern verarbeitet und weiter untersucht werden.

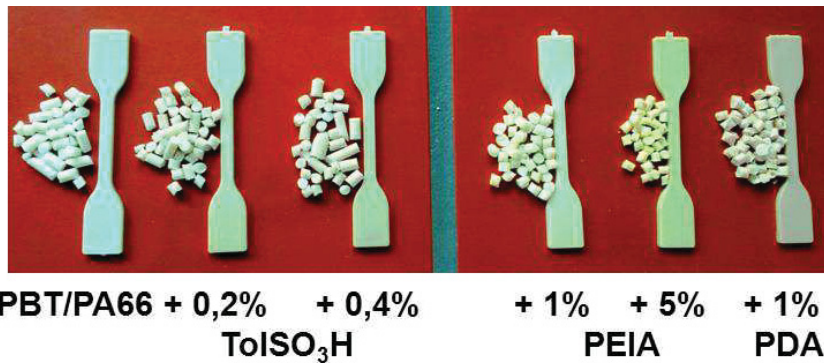


Abb. 13: Beispiel Granulat und Spritzgussprüfkörper PBT/PA66 mit Compatibilizer

Die Festigkeitsparameter wurden an Prüfkörpern (90x20x2)mm mit einer Zugprüfmaschine der Firma Zwick ermittelt. Zur Untersuchung von Degradationsprozessen sowie Polymeraufbau und Vernetzungsreaktionen wurde die Lösungsviskosität in einem Gemisch Phenol/Dichlorbenzol bestimmt.

2.3.1 Spritzgussprüfkörper PET / PA6

Die im Zugversuch erreichte Streckdehnung einer 1:1 Mischung PET/PA6 ohne Compatibilizer liegt zwischen denen der reinen Komponenten PET und PA6, wobei mit 8 % Bruchdehnung ein sprödes Material vorliegt. Der hier ermittelte E-Modul sinkt um 16 % unter das Niveau von PA6 sowie PET pur. Eine Verbesserung der Zähigkeit erreicht man mit den reaktiv verknüpfenden Additiven 1 % PDA sowie 1 % PEIA, welche durch ihre anhydridhaltigen Endgruppen jedoch auch einen Polymerabbau herbeiführen, wie die Abnahme der Lösungsviskosität zeigt. Eine Verbesserung der Streckdehnung, mit Festigkeiten auf PA6-Niveau sowie des E-Moduls auf Werte entsprechend reinem PET resultieren aus der Zugabe der kettenverknüpfenden Additive, mit deutlich ansteigender Viskosität, PBO sowie Stabaxol.

	Streckspannung [MPa]	Streckdehnung [%]	Bruchspannung [MPa]	Bruchdehnung [%]	E-Modul [MPa]	LV
PA6 D27	76,2	6,2	50,4	142,2	1560	1,85
PET RT20	57,2	5,4	41,6	421,4	1549	2,64
PET + PA6	67,7	6,8	55,9	7,9	1330	1,55
+ 0,2 % TolSO₃H	65,9	6,8	51,8	7,8	1375	1,55
+ 0,4 % TolSO₃H	61,9	5,5	61,3	5,5	1399	1,51
+ 1 % PEIA	66,9	6,8	34,3	12,3	1361	1,59

+ 5 % PEIA	63,0	6,8	52,9	7,8	1305	1,38
+ 1 % PDA	59,6	5,9	27,5	50,6	1448	1,39
+ 3 % 1,3-PBO	77,2	5,7	76,8	5,9	1854	1,60
+ 2 % Stabaxol P	73,1	6,1	21,5	40,4	1697	1,63

Tab. 11: Festigkeitswerte Spritzgussprüfkörper PET RT20 / PA6 D27

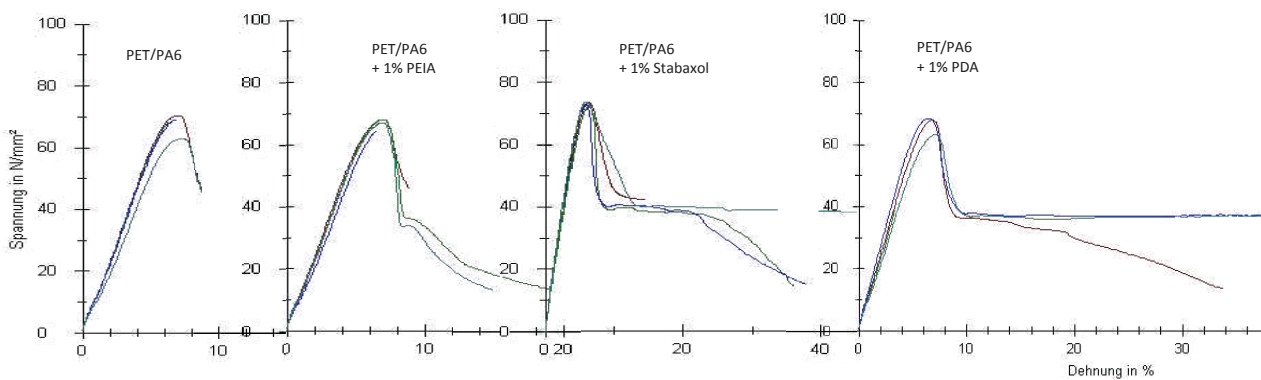


Abb. 14: Spannung-Dehnungsdiagramm ausgewählter PET/PA6-Prüfkörper

Eine verbesserte Prozessierbarkeit des Compoundier- sowie insbesondere Granulierschrittes erlangt man mit der Zugabe von 1 und 5 % PEIA sowie 2 % Stabaxol. Dabei gelang es einen gleichmäßig dünnen Strang ohne das Auftreten von Schmelzebrüchen oder Strangaufweitung zu einem homogen verteilten Material zu granulieren.



Abb. 15: Granulat Compoundierung 1:1 PET/PA6 - Compound

2.3.2 Spritzgussprüfkörper PET / PA66

Aus einer 1:1 Mischung PET und PA66 resultieren spröde Materialien mit niedriger Bruchdehnung, welche sich lediglich durch die Zugabe von 1 % PDA und somit unter Abnahme der Lösungsviskosität, resultierend aus Degradationsprozessen, erhöht. Die durch Kompatibilizer (PEIA, PBO) maximal erreichte Streckspannung von 66 MPa entspricht dem Wert der unadditiven Polymermischung PET/PA66. Auch hier wird der höchste E-Modul bei den Prüfkörpern mit der höchsten Lösungsviskosität, d. h. durch zusätzliche Kettenverknüpfung durch PBO und Stabaxol erreicht.

	Streckspannung [MPa]	Streckdehnung [%]	Bruchspannung [MPa]	Bruchdehnung [%]	E-Modul [MPa]	LV
PA66 A34	76,9	6,4	54,7	63,6	1584	
PET RT20	57,2	5,4	41,6	421,4	1549	2,64
PET + PA66	64,4	6,4	61,4	7,5	1427	1,56
+ 0,2 % ToISO ₃ H	54,7	4,9	54,7	4,9	1368	1,54
+ 0,4 % ToISO ₃ H	52,8	4,5	52,8	4,5	1497	1,54
+ 1 % PEIA	58,6	5,4	58,6	5,4	1362	1,52
+ 5 % PEIA	66,4	6,5	63,8	6,9	1497	1,43
+ 1 % PDA	62,7	6,9	21,5	18,8	1362	1,38
+ 3 % 1,3-PBO	65,1	4,5	64,8	4,5	1913	1,62
+ 2 % Stabaxol P	62,5	4,6	61,6	4,7	1773	1,67

Tab. 12: Festigkeitswerte Spritzgussprüfkörper PET RT20 / PA66 A34

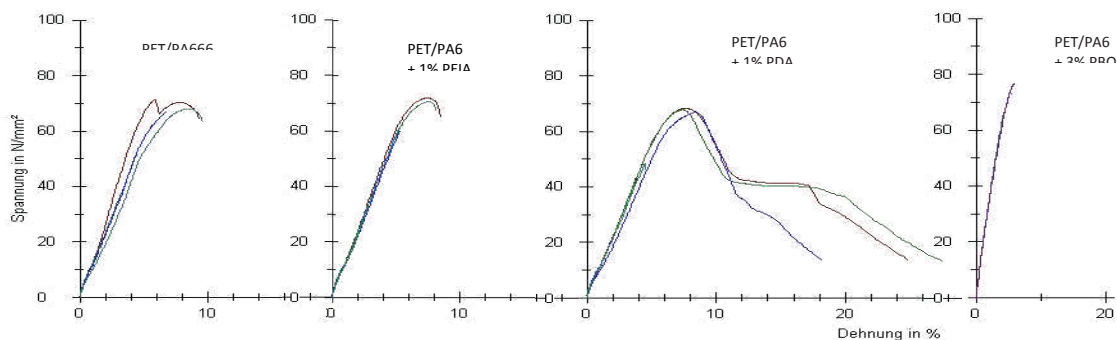


Abb. 16: Spannung-Dehnungsdiagramm ausgewählter PET/PA66-Prüfkörper

Die Verarbeitbarkeit der Materialien verbessert sich durch die anhydridhaltigen Kopplungsreagenzien PDA und PEIA. Typisches Brechen spröder Materialien bei der Granulierung sowie Strangaufweitung werden dabei nicht beobachtet.

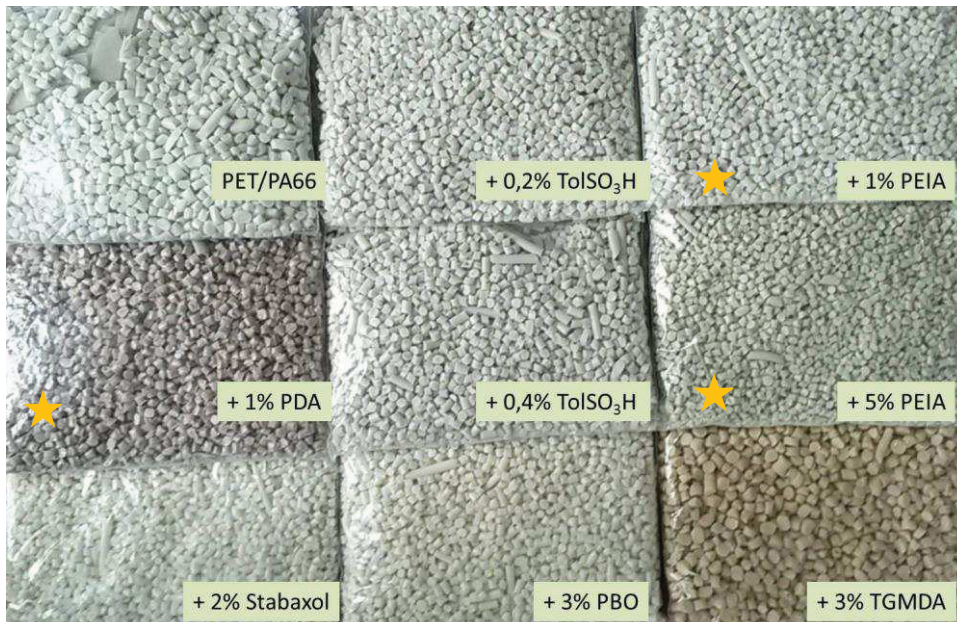


Abb. 17: Granulat Compoundierung 1:1 PET/PA66 - Compound

2.3.3 Spritzgussprüfkörper PBT / PA6

Ebenso spröde mit niedriger Bruchdehnung sind 1:1 Mischungen der zwei Thermoplasten PA6 und PBT, was durch keine der getesteten Kompatibilizer verbessert werden konnte. Die Festigkeit des unadditvierten Blends liegt mit 50 MPa noch weit unter dem Niveau von reinem PET (55 MPa), verbessert sich jedoch durch die Kopplungsreagenzien PBO sowie Stabaxol auf 66 MPa, d. h. einem Wert zwischen reinem PA6 (76 MPa) und PBT. Ähnlich verhält sich der E-Modul, welcher durch den Kettenaufbau mit dem bisfunktionellen PBO bzw. polyfunktionellen Stabaxol auf 1800 MPa, d. h. um 13 % gegenüber den Monokomponenten ansteigt.

Führen die bisfunktionellen Anhydride PDA und PEIA zum Polymerabbau, ist beim Umesterungsreagenz Toluolsulfonsäure keine Änderung der Lösungsviskosität zu beobachten.

	Streckspannung [MPa]	Streckdehnung [%]	Bruchspannung [MPa]	Bruchdehnung [%]	E-Modul [MPa]	LV
PA6 D27	76,2	6,2	50,4	142,2	1560	1,85
PBT 2550	54,6	4,9	32,5	147,9	1574	1,54
PBT + PA6	50,2	4,5	49,5	4,5	1412	1,62

+ 0,2 % TolSO ₃ H	53,2	4,7	53,2	4,7	1388	1,63
+ 0,4 % TolSO ₃ H	54,8	4,7	53,8	4,7	1400	1,63
+ 1,0 % PEIA	49,5	4,3	49,2	4,3	1331	1,69
+ 5,0 % PEIA	58,1	5,2	58,1	5,2	1394	1,42
+ 1,0 % PDA	60	6,2	60	6,2	1273	1,50
+3 % 1,3-PBO	66,2	5,0	65,6	5,0	1801	1,66
+2 % Stabaxol P	65,7	5,0	65,6	5,1	1764	1,70

Tab. 13: Festigkeitswerte Spritzgussprüfkörper PBT 2550 / PA6 D27

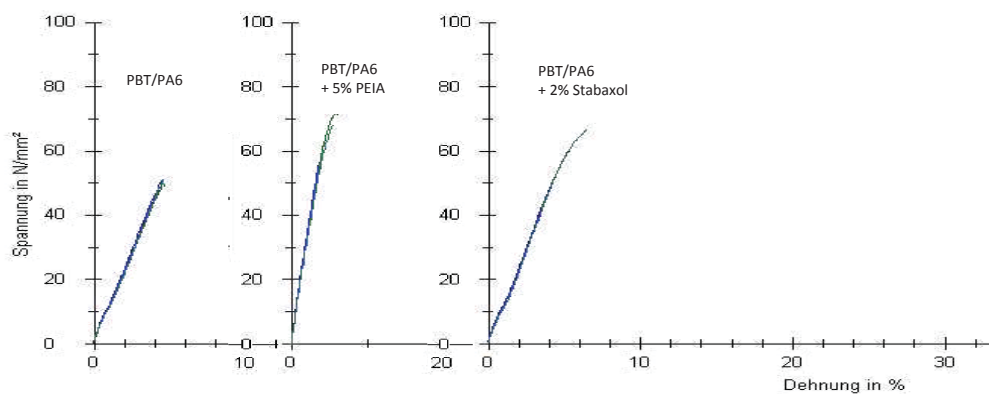


Abb. 18: Spannung-Dehnungsdiagramm ausgewählter PBT/PA6-Prüfkörper

Einen gleichmäßig, dünnen Granulierstrang, ohne Auftreten von Schmelzebrüchen, Strangaufweitung oder Brechen durch Sprödigkeit, erhält man wiederholt bei der Einarbeitung des flüssigkristallinen Verträglichkeitsvermittlers PEIA aber auch dem Umesterungsreagenz Toluolsulfonsäure.

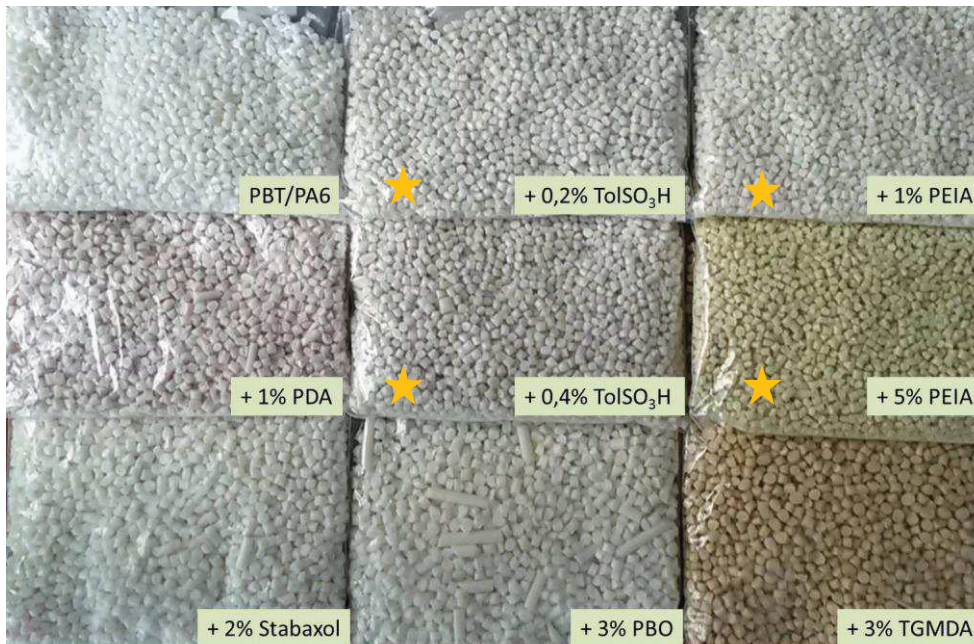


Abb. 19: Granulat Compounding 1:1 PBT/PA6 - Compound

2.3.4 Spritzgussprüfkörper PBT / PA66

Die Werkstoffeigenschaften bezüglich Sprödigkeit und Zugfestigkeit von Mischungen unterschiedlicher Polymere verschlechtern sich analog der Spinnexperimente mit der Zusammensetzung $PET/PA6 < PET/PA66 < PBT/PA6 < PBT/PA66$.

Gelang es die Streckspannung bzw. Festigkeit einer Mischung PBT/PA6 mit PBO und Stabaxol auf das Niveau von reinem PA6 mit 77 MPa anzuheben, liegen die hier erreichten Werte mit maximal 62 MPa weit darunter. Analog der bisherigen Ergebnisse der Lösungsviskosität kommt es mit der Einarbeitung der anhydridhaltigen Kopplungsreagenzien zu einem Polymerab- und mit dem Polycarbodiimid Stabaxol sowie Bisoxazolin PBO zum Polymeraufbau. Mit Toluolsulfonsäure, als Umesterungsreagenz, bleibt auch hier die Viskosität konstant.

	Streckspannung [MPa]	Streckdehnung [%]	Bruchspannung [MPa]	Bruchdehnung [%]	E-Modul [MPa]	LV
PA66 A34	76,9	6,4	54,7	63,6	1584	
PBT 2550	54,6	4,9	32,5	147,9	1574	1,54
PBT + PA66	52,8	3,9	52,3	3,9	1399	1,66
+ 0,2 % TolSO ₃ H	56,2	4,3	55,6	4,3	1532	1,67
+ 0,4 % TolSO ₃ H	51,8	4,0	51,1	4,0	1489	1,66

+ 1,0 % PEIA	53,7	4,1	52,8	4,1	1508	1,59
+ 5,0 % PEIA	56,9	4,4	56,8	4,4	1368	1,45
+ 1,0 % PDA	57	4,3	56,7	4,3	1500	1,49
+3 % 1,3-PBO	61,8	4,0	61,8	4,0	1897	1,70
+2 % Stabaxol P	57,0	3,8	57,0	3,8	1834	1,72

Tab. 14: Festigkeitswerte Spritzgussprüfkörper PBT 2550 / PA66 A34

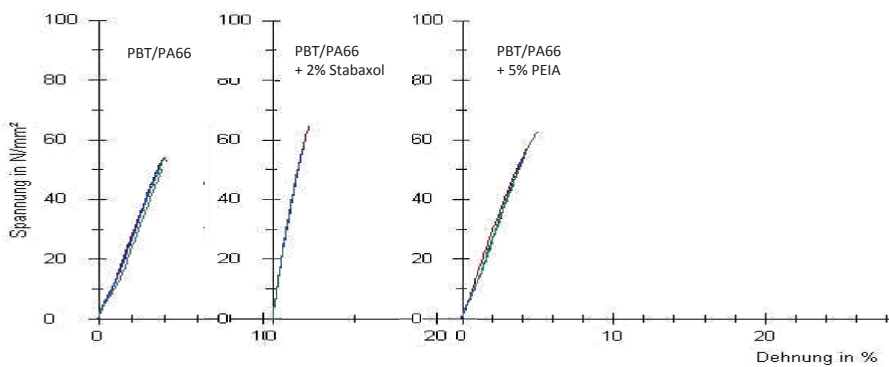


Abb. 20: Spannung-Dehnungsdiagramm ausgewählter PBT/PA6-Prüfkörper

Die Verarbeitungseigenschaften können jedoch im Vergleich zur unadditivierten Probe PA66/PBT durch die Zugabe von 1 sowie 5 % PEIA deutlich verbessert werden, wie die abgebildeten Granulate zeigen.



Abb. 21: Granulat Compoundierung 1:1 PBT/PA66 - Compound

2.4 Zusammenfassung/Auswertung

Die Verarbeitbarkeit und resultierenden Werkstoffeigenschaften der hergestellten Prüfkörper sowie Bikomponentenmultifilamente verschiedener Polyamid-Polyester-Mischungen, sowohl mit als auch ohne Kompatibilizer nehmen in der Reihenfolge PA6/PET > PA66/PET > PA6/PBT > PA66/PBT ab.

Nach Optimierung der Spinnbedingungen, bezüglich verwendetem Düsenpaket und Temperatureinstellungen - gelang es PET und PA6 als Kern/Mantel Bikomponentenmultifilament bei Spinnengeschwindigkeiten von bis zu 5600 m/min als Vollspule im stabilen Lauf auszuspinnen. Das Ziel einen möglichst dünnen Polyamid-Mantel um das wesentlich kostengünstigere PET zu verspinnen, konnte bis hin zu einem Kern/Mantel Verhältnis 9:1 optimiert werden. Die resultierende Festigkeit einer PET/PA66-Kombination wird durch den Polyamid-Mantel, unabhängig seiner Dicke bestimmt und liegt 30 % über der eines PET-Monokomponentenmultifilaments, allerdings auch 20 % unter der des reinen PA6. Mit zunehmenden Verhältnis von Kern und Mantel, d. h. mit dem Kerndurchmesser, steigt bis zu einem Verhältnis 9:1 der E-Modul um bis zu 14 % über den Wert von reinem PET an. Die resultierende Faser besitzt somit ein relativ gutes Verhältnis von hohen Festigkeiten und einem Modul weit über PET-Niveau. Versuche das Festigkeitsniveau durch weitere Additivierung, bspw. mit dem molekular verstärkend wirkenden Kopplungsreagenzes PEIA, weiter anzuheben, verliefen bisher nicht erfolgreich.

Die Spinnbarkeit und ermittelten Festigkeitswerte von PET mit PA66, konnten mit der Zugabe von 8 % eines PDA- sowie 1 % eines PEIA-PET/PA66-Blends im Mantel wesentlich verbessert werden. Die somit erzielten Festigkeiten liegen mit 24 bzw. 26 cN/tex um 24 % über denen der Einzelkomponenten. Der resultierende E-Modul erreicht mit etwa 3300 MPa PET-Niveau.

Weiterführende anwendungsspezifische Arbeiten zur Optimierung der Festigkeiten müssen in Form weiterer Forschungs- und Auftragsprojekte unter Variation der Additivierung und ausführlichen Untersuchungen mit unterschiedlicher Abzugs- und Reckgeschwindigkeit durchgeführt werden.

Weniger erfolgreich konnte bisher die Verarbeitung von PBT mit Polyamid umgesetzt werden. Gelang es PBT/PA6 unter Erhalt einer Kurzspule sowohl unadditiviert als auch durch die Kompatibilizer PDA und ErOxEp in einer 8:2 Kern/Mantel-Faser zu verspinnen, ließ sich in den Versuchen zur Herstellung einer PBT/PA66-Faser lediglich eine Kurzspule herstellen. Die Festigkeitswerte aller ersponnen Multifilamente verschlechtern sich auf Grund der schlechten Verträglichkeit beider Komponenten auf Werte um 50 - 60 % unter denen der Monokomponentenmultifilamenten PBT sowie PA6 bzw. PA66.

Aus der Verarbeitung zu Spritzgußprüfkörpern ohne Kopplungsreagenz resultieren spröde Materialien, mit geringer Bruchdehnung. Eine Steigerung der Bruchdehnung gelingt für eine Mischung PA6/PET mit 1 % Polycarbodiimid Stabaxol sowie jeweils 1 % der Dianhydride PEIA bzw. PDA. Letzter besitzen eine ähnliche Wirkung in PA66/PET, wobei auch hier ein starker Polymerabbau mit der Einarbeitung der Anhydride einhergeht.

Unabhängig der ermittelten Bruchdehnung, verbessert sich die Verarbeitbarkeit der Polymerschmelzen durch die Zugabe des flüssig kristallinen Verträglichkeitsvermittlers PEIA deutlich. Für alle Polyamid-Polyester-Kombinationen konnte somit ein gleichmäßig dünner Polymerstrang, ohne Auftreten von Schmelzebrüchen oder großen Bruchstücken, durch deren Sprödigkeit, homogen granuliert werden.

Liegt die in der Zugprüfung ermittelte Streckspannung von PET/PA6 mit 68 MPa und PET/PA66 mit 65 MPa zwischen den Niveaus der reinen Komponenten (PET 57 MPa, PA6 76 MPa, PA66 77 MPa), kann diese in einer PET/PA6-Mischung durch PBO und Stabaxol mit 77 bzw. 73 MPa auf die von reinen PA6 angehoben werden.

Hingegen liegen die Festigkeiten von PBT-Polyamidmischungen weit unter denen der Einzelkomponenten PBT (55 MPa) und PA6 (76 MPa) bzw. PA66 (77 MPa). Einer Verbesserung auf 66 MPa wird durch die Zugabe von PBO und Stabaxol erreicht, während diese in einer PBT/PA66-Mischung durch deren Additivierung auf maximal 62 MPa ansteigt.

Eine Anhebung des E-Moduls über denen der Monokomponenten erlangt man durch die erfolgreiche Kettenverknüpfung mit PBO und Stabaxol bei allen vier untersuchten Kombinationen der verschiedenen Polyamid und Polyester.

Mit der Einarbeitung der PEIAs verbessert sich die Verarbeitbarkeit, Compoundierung und Granulierung - einer Polyamid-Polyester-Mischung deutlich. Die Einarbeitung von Anhydridhaltigen Kopplungsreagenzien, PDA sowie größere Mengen PEIA, führen jedoch auch zu Degradationsprozessen der Polymerketten. Eine deutliche Vernetzung, d. h. Anstieg der Lösungsviskosität resultiert aus den multifunktionellen Kompatibilizern TGMDA und Stabaxol, wobei TGMDA auf Grund zu hoher Schmelzeviskosität nicht weiter verarbeitet wurde. Ein Anstieg der Lösungsviskosität konnte ebenso bei der Verarbeitung des Bisoxazolins PBO in allen Polymermischungen verzeichnet werden. Beide kettenverknüpfende Verbindungen führen in allen getesteten Mischungen zu einem deutlichen Anstieg des E-Moduls.

Zusätzlich wurde untersucht, wie stark sich Polyamid und Polyester auf Grund ihrer unterschiedlichen Tendenz zur Aufnahme und Empfindlichkeit gegenüber Feuchtigkeit, gegenseitig negativ, bezüglich der resultierenden Festigkeiten in einer Mischung beeinflussen. Parallel erfolgten Untersuchung zum Einfluss der Anhydride auf PET sowie PA6.

Dazu wurden verschiedene Mischungen PET/PA6 (10:0, 9:1, 8:2, ..., 5:5, ..., 1:9, 0:10) pur sowie unter Zusatz von 1 % PDA compoundiert und deren Lösungsviskosität in einem Phenol/Dichlorbenzolgemisch bestimmt.

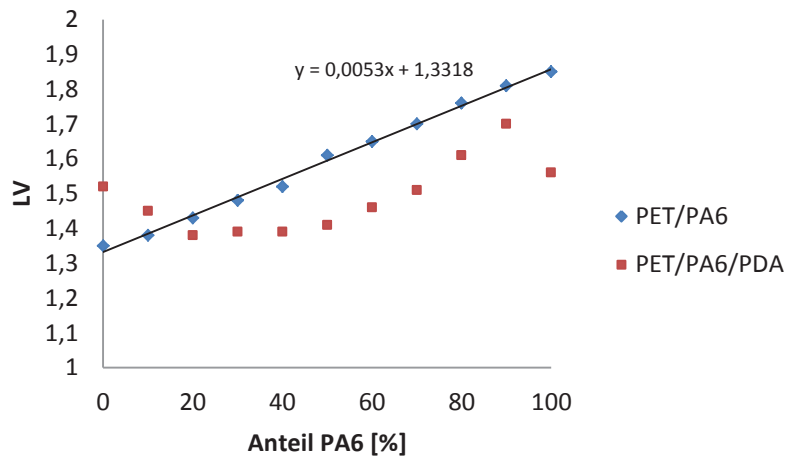


Abb. 22: LV verschiedener PA6/PET-Mischungen mit und ohne PDA

Der nahezu lineare Anstieg der ermittelten Lösungsviskosität mit zunehmenden PA6-Anteil zeigt, dass keine zusätzliche Degradationsprozesse der Polymerketten bei einer Mischung von Polyamid und Polyester auftreten. Unterschiedlich wirkt sich die Einarbeitung des Bisanhydrids PDA auf PA6 und PET aus, wobei PET durch Anhydride tendenziell auf- und PA6 eher abgebaut werden.

3. Bewertung der erzielten Ergebnisse in Gegenüberstellung mit den Zielsetzungen des Antrages, Bezugnahme auf die Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit, Bezugnahme auf die wichtigsten Positionen des zahlenmäßigen Nachweises

Ziel des Vorhabens war es, neue Werkstoffe mit neuen Eigenschaften aus bekannten und bereits auf dem Markt zugelassenen Materialien zu generieren. Dabei sollten Polyester mit Polyamiden kombiniert werden, wobei die preislich attraktiven Polyester Polyethylterephthalat sowie Polybutylterephthalat und die Polyamide Polyamid 6 und Polyamid66 als Ausgangsmaterialien verwendet wurden. Dieses Vorhaben konnte insbesondere für den Bereich Bikomponentenfaserweben erfolgreich und innovativ umgesetzt werden. Mit der optimalen Einstellung der Spinnparameter sowie ausgewählten Polymer-Materialien und Koppelungsreagenzien gelang es, Bikomponentenmultifilamente in den Kombinationen PET/PA6 sowie PET/PA66 auszuspinnen, deren Eigenschaftsprofil einer vorteilhaften Kombination der hohen Festigkeiten der Polyamide sowie dem hohen E-Modul von PET entspricht. Mit der Kombination dünner Polyamidmantel , dicker Polyesterkerne besitzen die resultierenden Fasern durch das vergleichsweise niedrige Preisniveau der Hauptkomponente PET einen sehr attraktiven Preis.

Aus Untersuchungen im Bereich Spritzgussanwendungen konnten ebenso erste Resultate für den Ausbau vermarktungsfähiger Produkte erschlossen werden. Der Einsatz der kettenverknüpfenden Additive eines Polycarbodiimids Stabaxol P sowie dem 1,3-Phenylbisoxazolin während der Extrusion führte zu einem deutlichen Anstieg von Festigkeit und E-Modul der hergestellten Spritzgusskörper. Die Eigenschaftsprofile verschiedener Polyamid-

Polyesterkombinationen lassen sich somit für den Anwendungsfall in Grenzen justieren. Die Verarbeitbarkeit der Schmelze hingegen konnte durch den Einsatz des verträglichkeitsvermittelnden, flüssigkristallinen Polyesterimid-dianhydrides wesentlich verbessert werden. Trotz guter Verarbeitbarkeit besitzen alle bisher hergestellten Prüfkörper eine sehr niedrige Bruchdehnung, was auf spröde Werkstoffeigenschaften hinweist.

Insgesamt kann eingeschätzt werden, dass alle wesentlichen Zielstellungen des Vorhabens erreicht wurden. Die geplanten Arbeiten und eingesetzten Mittel waren angemessen und notwendig.

4. Wirtschaftliche Verwertung der Vorhabensergebnisse, aktualisierter Verwertungsplan

- Zielgruppen für die wirtschaftliche Verwertung des FuE-Ergebnisses, Anwendungsbereiche

Die erzielten Ergebnisse lassen sich bisher vorrangig für Anwendungen im Textil- und Faserbereich, ferner für die Spritzgussverarbeitung nutzen. Die wirtschaftliche Verwertung soll zum einem über das gewonnene Know-how sowie direkt in Form der Produkte erfolgen.

Angestrebte Zielmärkte sind im Bereich Automobil, bei technischen und industriellen Anwendungen aber auch im Bereich Outdoor/Sport sowie Gesundheit und Wellness angesiedelt.

Die aus den Polyamid-Polyester-Kombinationen resultierenden neuen Fasereigenschaften sind für den Anwender besonders wegen den erreichten hohen Festigkeiten des Polyamids in Kombination mit dem Modul auf PET-Niveau interessant. Ein Polyamidmantel bietet darüber hinaus hohe Abriebfestigkeiten sowie eine deutlich hydrophilere Oberfläche im Vergleich zu Polyester. Hieraus resultieren verbesserte Haftungseigenschaften mit anderen, hydrophileren Materialien sowie veränderte Verträglichkeiten von Additiven im Polyamidmantel im Vergleich zum Polyester. Die Einarbeitung der Additive nur in das Mantelpolymer senken Kosten ebenso wie die Verwendung des weitaus kostengünstigeren Polyesters als Hauptkomponente im Kern, wobei Kern-Mantel-Verhältnisse von 8:2 oder sogar 9:1 erreicht wurden. Hohe Abriebfestigkeiten in Kombination mit hohen Festigkeiten sind in einer Vielzahl technischer Anwendungen gefordert, beispielsweise bei der Herstellung von Transportbändern und Antriebsriemen.

Die entwickelten Polyamid-Polyester Kombinationen besitzen auch im Bereich Spritzgussanwendungen großes Potential. Die Kombination aus erhöhter Abriebfestigkeit und Hydrophilie ist ein sehr aussichtsreiches Eigenschaftsbild für Anwendungen in Nassbereichen, da die Reinigung gegenüber reinem PET deutlich vereinfacht ist. Ebenso kann die Einarbeitung von Additiven bzw. die Anfärbbarkeit entsprechende Kombinationen geregelt werden. Dennoch können bisher keine eindeutig reproduzierbaren Aussagen zu den Festigkeitseigenschaften unterschiedlicher Polymermischungen gemacht werden. Hier sind weiterführende Untersuchungen notwendig, die auf der Basis der im Vorhaben erhaltenen Ergebnisse im Rahmen von Forschungsprojekten oder Kundenaufträgen realisiert werden. Insbesondere für den Bereich Spritzgussanwendungen existieren Anfragen zur Einstellung spezieller Eigenschaftsbilder, welche im Rahmen von Direktaufträgen bearbeitet werden sollen.

- Schilderung der Markt- und Wettbewerbssituation

Ein Konkurrenzprodukt eines Polyamid/Polyester-Bikomponentenmultifilaments ist derzeit auf dem Markt nicht vertreten. Bekannt sind Polyamid-Polyester-Mischungen einer Bikonstituentenfaser (Teijin) sowie eine Kern/Mantel-Kombination im Bereich „non-woven“ (Enka Glanzfaser).

Die Marktchancen der neu entwickelten Kern/Mantel PA/PET-Bikomponentenmultifilamente liegen vor allem im Ersatz von hochfesten Polyamidfasern, wobei neben dem oben beschriebenen herausragenden Eigenschaftsbild auch die erreichten Kostensenkungen durch Materialeinsparung, Einsparung von zusätzlichen Additiven und Beschichtungsmaßnahmen sehr attraktiv sind.

- Charakterisierung der Marktgröße, der Marktentwicklung, des angestrebten Marktanteils

Der angestrebte Zielmarkt technischer Textilien als stetig wachsender und fortlaufend zukunftssträchtiger Markt nahm 2010 mit 7,8 Mrd. € bereits 52 % des Gesamtumsatzes der deutschen Textilindustrie ein.⁴ Mit den genannten Produktbeispielen Transportbänder, Antriebsriemen, Reifencord, Airbaggarn aber auch strapazierfähige Stoffe für Sitzbezüge, sind die zwei im Jahr 2010 größten Bereiche technischer Textilien Transportwesen mit 22 % und Industrieanwendungen mit einem Anteil von 18 % relevant. Ein angestrebter Marktanteil mit jeweils 0,5 und 1 % ist attraktiv und durchaus realistisch.

- Marketing- und Vertriebskonzeption ggf. Erzeugnis-kalkulation

Die entwickelten Fasern sind für den deutschen sowie europäischen Markt als Spezialfasern von großem Interesse, um auf dem sich verlagernden Weltmarkt in der Textilsparte bestehen zu können. Insbesondere für kleine und mittelständische Unternehmen besteht hier eine Chance, da diese in Deutschland und Europa nicht im Niedrigpreissektor der Massenproduktion mit den größtenteils asiatischen Großunternehmen konkurrieren können. Durch Vergabe von Lizenzen sowie gemeinsame Transfermaßnahmen der beantragenden Einrichtung und der interessierten Industrieunternehmen werden beste Voraussetzungen für die Übertragung des erworbenen Know-how geschaffen.

Zur Gewährleistung eines effektiven Ergebnistransfers sind folgende Maßnahmen durchgeführt worden bzw. geplant:

- Fachvorträge und Veröffentlichungen in Fachzeitschriften
- Beratungen interessierter Unternehmen zum Entwicklungsstand des Vorhabens
- Kooperation mit Unternehmen zu konkreten Produktentwicklungen auf der Basis der Projektergebnisse

Neben den herausragenden Eigenschaften der Garne, welche zusätzliche Additivierungen oder Beschichtungen einsparen, ist der Kostenfaktor ein enormer Vorteil. Entsprechend dem weitaus niedrigerem Preis für PET-Granulat von 1250 €/t und dem über doppelt so hohen Kosten für PA6 von 3300 €/t bzw. 3700 €/t reduzieren sich die Kosten für einen PA6/PET-Bikomponentenfaser mit einem Hauptanteil PET deutlich. Geht man von einem Preis für hochfestes PA6-Garn von 3000 bis 5000 €/t aus, lässt sich dieser durch einen 80 %-igen PET-Kern, auf 1800 bis 3000 €/t senken.

⁴ Innovationsreport Textil 2011, INNtex Innovation Netzwerk Textil e.V., Chemnitz Juni 2011.

Die Verwendung eines Kompatibilizers erhöht zwar den finanziellen Aufwand bei der Herstellung der Produkte, dennoch liegen die Preise noch unter den Kosten für reine PA6- bzw. PA66-Filamente. PEIA ist beispielsweise das von allen getesteten Kopplern preisintensivste Produkt. Ein für die großtechnische Herstellung kalkulierter Preis von 25 €/kg erhöht bei eingesetzten Höchstmengen von 3 % den Gesamtpreis pro Tonne um nur 750 €.

- eigene Umsatzerwartung aus der Verwertung der FuE-Ergebnisse nach Art und Umfang für 5 Jahre nach Projektabschluss mit Ausweis der anteiligen FuE-Kosten und Gewinne, ggf. in Drittunternehmen durch die Nutzung des FuE-Ergebnisses entstehende Umsätze

Aus der erfolgreichen Bearbeitung des Vorhabens ergaben und ergeben sich wirtschaftliche Effekte durch neue Impulse für weitere eigene Forschungs- und Entwicklungsarbeiten.

Nach ersten Abschätzungen sollten sich nach Abschluss der Projektarbeiten bis 2019 neue Forschungsprojekte und Industrieaufträge in einer Größenordnung von etwa 600.000 bis 800.000 € akquirieren lassen. Diesen sollten sich Erlöse aus der Nutzung von Know-how und Schutzrechtslizenzen in Höhe von 150.000 bis 200.000 € hinzufügen lassen.

- Transferkonzeption

Der Ergebnistransfer erfolgt durch Fachvorträge und Veröffentlichungen sowie durch Beratung von Unternehmen und Kooperationen auf der Basis der Forschungsergebnisse.

- Bewertung des aktualisierten Verwertungsplanes im Vergleich zum ursprünglichen Verwertungskonzept

Die Vermarktung von Polyamid/Polyester-Blends sowie neuartigen multifunktionellen Koppungsreagenzien steht aktuell nicht im Vordergrund.

Vielmehr rentieren sich Verkauf und Markttransfer der Bikomponentenfasern PET/PA6 sowie PET/PA66, deren Herstellung mit und ohne Kompatibilizer mit entsprechendem Know-how des Spinnprozesses entwickelt wurden. Zusätzlich kann aus den gewonnenen Ergebnissen eine Vermarktung des im TITK entwickelten PEIAs für die Herstellung von PET/PA66-Bikomponentenmultifilamenten erfolgen. Die Verwendung dieses Kompatibilizers zur Herstellung von Polyamid/ Polyester Spritzgussanwendungen kann nach Auswertung der Projektergebnisse ebenso als sehr aussichtsreich eingeschätzt werden.

5. Angaben zu erworbenen bzw. angemeldeten Schutzrechten für Vorhabensergebnisse

Aus den Ergebnissen des Vorhabens sind aktuell keine Schutzrechtsanmeldungen hervorgegangen.

6. Zusammenstellung aller erfolgten bzw. geplanten Veröffentlichungen (Artikel in Zeitschriften, Seminare, Schulungen, Vorträge, Messen, Ausstellungen, Präsentationen)

Eine Zusammenfassung der Projektergebnisse erscheint im Jahresbericht des TITK e. V. für das Jahr 2013. Zudem wird eine Kurzpräsentation der Forschungsergebnisse auf der „website“ des TITK publiziert und steht somit allen Interessenten aus der Industrie zur Kenntnisnahme und Auswertung zur Verfügung.