

(19)



(11)

EP 2 280 100 A1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:

02.02.2011 Patentblatt 2011/05

(51) Int Cl.:

D01F 2/06 (2006.01)

D01F 1/07 (2006.01)

(21) Anmeldenummer: **09450141.8**

(22) Anmeldetag: **31.07.2009**

(84) Benannte Vertragsstaaten:

**AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR
HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MK MT NL NO PL
PT RO SE SI SK SM TR**

Benannte Erstreckungsstaaten:

AL BA RS

(71) Anmelder: **Kelheim Fibres GmbH**

93309 Kelheim (DE)

(72) Erfinder: **Bernt, Ingo**

93053 Regensburg (DE)

(74) Vertreter: **Nemec, Harald**

Schwarz & Partner

Patentanwälte

Wipplingerstrasse 30

1010 Wien (AT)

(54) **Verwendung einer regenerierten Zellulosefaser in einem flammhemmenden Produkt**

(57) Die Erfindung betrifft die Verwendung einer regenerierten Cellulosefaser, in welche Carboxymethylcellulose inkorporiert ist, in einem flammhemmenden Produkt.

EP 2 280 100 A1

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft die Verwendung einer regenerierten Cellulosefaser, die durch das Viskoseverfahren erhalten wird, in flammhemmenden Produkten.

[0002] Flammhemmende Viskose-Fasern haben viele Einsatzgebiete wie z.B. in Sicherheitsbekleidung; Matratzenfüllungen; Innenraum-Stoffen etc. und dienen der allgemeinen Sicherheit.

[0003] Es sind bereits verschiedenste Typen von flammhemmenden Viskosefasern bekannt:

[0004] Zum einen ist es bekannt, Viskosefasern durch die Einlagerung von Polykieselsäure flammhemmend auszurüsten. Die Einlagerung von Polykieselsäure führt aber zur Bildung von steifen, spröden Fasern, die zwar für Vliesstoffe, nicht aber für textile Anwendungen geeignet sind.

[0005] Unter dem Markennamen Lenzing FR® werden Viskosefasern vermarktet, die durch Einlagerung eines phosphorhaltigen Additivs gewonnen werden. Um mit phosphorhaltigen Additiven einen ausreichenden Flammenschutz zu erreichen, muß aber eine große Einlagerungshöhe eingesetzt werden. Dies führt aufgrund der hohen Additivkosten zu einem hohen Endpreis der Faser.

[0006] Es gibt auch eine Vielzahl von Vorschlägen für eine nachträgliche flammhemmende Ausrüstung von Cellulosefasern, d.h. eine Aufbringung auf die bereits fertige Faser, wie z.B. Proban (THPC) und Pyrovatex® CP.

[0007] Solcherart nachbehandelte Textilien/Fasern weisen aber nur eine beschränkte Waschbeständigkeit auf. Durch die eingesetzte Vernetzungsschemie entstehen Restmengen an Formaldehyd, welches gesundheitlich bedenklich ist. Zudem bewirkt die Vernetzungsreaktion eine Versprödung und Versteifung der Fasern/Textilien.

[0008] Die US 3 734 683 beschreibt den flammhemmenden Effekt von cellulosischen Fasern mit höherem Carboxylgruppenanteil durch Herstellung einer Carboxycellulose. Gemäß dieser Druckschrift werden Viskosefasern in einem aufwendigen Verfahren mit Stickstoffdioxid oxidiert und anschließend nachbehandelt. In einem wirtschaftlich sinnvollen Prozeß zur Faserherstellung läßt sich dieses Verfahren nicht umsetzen. Die genannte Oxidation würde außerdem zu einer Schädigung der Faserstruktur und einer mangelhaften Verarbeitbarkeit führen.

[0009] Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung besteht darin, eine kostengünstige und effektiv wirksame flammhemmende Faser zur Verfügung zu stellen, die in den üblichen textilen Prozessen gut verarbeitbar ist.

[0010] Diese Aufgabe wird mit der Verwendung einer regenerierten Cellulosefaser, in welche Carboxymethylcellulose inkorporiert ist, in einem flammhemmenden Produkt, gelöst.

[0011] Bevorzugte Ausführungsformen sind in den Unteransprüchen aufgeführt

DETAILLIERTE BESCHREIBUNG DER ERFINDUNG

[0012] Es hat sich überraschenderweise gezeigt, dass eine regenerierte Cellulosefaser, welche Carboxymethylcellulose (CMC) inkorporiert hat, effektiv flammhemmend wirkt und sowohl vergleichsweise günstig herstellbar als auch gut verarbeitbar ist.

[0013] Unter der Maßnahme, dass in die Faser Carboxymethylcellulose inkorporiert ist, versteht der Fachmann, dass in die Matrix der (nach Regeneration der Faser) underivatisierten Cellulose CMC eingelagert ist. Dies ist - im Unterschied zu einem Aufbringen von CMC auf die bereits fertige Faser - insbesondere durch Einspinnen von CMC in die Spinnviskose möglich.

[0014] Viskosefasern mit einem Anteil an Carboxymethylcellulose (CMC) sind bekannt. Es handelt sich dabei um eine Mischfaser, die durch das Einspinnen von Carboxymethylcellulose in die Viskosespinnmasse erhalten wird. Solche Fasern wurden kommerziell hergestellt (US 4,199,367 A, US 4,289,824 A).

[0015] Beispielsweise wird dazu nach den üblichen Verfahren eine Viskosespinnmasse hergestellt. Der Spinnmasse wird unmittelbar vor dem Ausspinnen eine 8-12 Gew.%ige Lösung von Carboxymethylcellulose (CMC) zugesetzt, so dass sich die gewünschte Einlagerungsmenge bezogen auf underivatisierte Cellulose ergibt. Nachbearbeitung und Trocknung erfolgen nach den üblichen Verfahren.

[0016] Der Anteil an inkorporierter Carboxymethylcellulose in der regenerierten Cellulosefaser beträgt bevorzugt 5 Gew.% bis 50 Gew.%, besonders bevorzugt 15 Gew.% bis 40 Gew.%, am meisten bevorzugt 20 Gew.% bis 30 Gew.%, bezogen auf underivatisierte Cellulose.

[0017] Die Carboxymethylcellulose kann ein handelsübliches Produkt mit einem Substitutionsgrad DS von 0,6 - 1,2, bevorzugt 0,65 - 0,85 und einer Viskosität (2%ige Lösung; 25°C) von 30-800 mPas; bevorzugt 50-100 mPas sein.

[0018] Die erfindungsgemäß verwendete CMC enthaltende regenerierte Cellulosefaser wird im folgenden auch als "Viskose/CMC-Mischfaser" bezeichnet.

[0019] Der Fasertiter der Viskose/CMC-Mischfaser beträgt bevorzugt von 0,5 dtex bis 8 dtex, besonders bevorzugt von 1,3 bis 6 dtex.

[0020] Die Faserlänge der erfindungsgemäß eingesetzten Viskose/CMC-Mischfaser kann von 2 mm bis 80 mm betragen und hängt insbesondere vom Anwendungsgebiet ab. Für einen Wetlaidprozess sind insbesondere Faserlängen von 2 bis 20 mm geeignet, für einen Kardierprozess Faserlängen von 20 bis 80 mm.

[0021] Bevorzugt enthält Viskose/CMC-Mischfaser ein weiteres flammhemmendes Additiv. Dieses weitere Additiv kann insbesondere aus der Gruppe bestehend aus halogenhaltigen Additiven, phosphorhaltigen Additiven, Aluminium- und Magnesiumsalzen und Polykieselsäuren ausgewählt ist. Das weitere Additiv kann in an sich bekannter Weise durch Einspinnen in die Viskosespinnmasse in der Faser inkorporiert sein (z.B. im Fall

von phosphorhaltigen Additiven wie z.B. Exolit® 5060) oder nachträglich auf die Faser aufgebracht werden (wie z.B. im Fall von alkalischen Lösungen eines Aluminiumsalzes).

[0022] Die erfindungsgemäß eingesetzten Viskose/CMC-Mischfasern, bzw. Textilien oder Vliesstoffe, welche diese enthalten, brennen im Unterschied zu Viskose-Fasern bzw. Produkten aus reinen Viskose-Fasern nach dem Entzünden nicht weiter. Vielmehr verlöscht die Flamme unmittelbar und die Faser glimmt lediglich weiter. Besonders ausgeprägt ist dieser Effekt ab einer Einlagerung ab 20 Gew.% CMC bezogen auf underivatisierte Cellulose.

[0023] Die erfindungsgemäß eingesetzten Viskose/CMC-Mischfasern Fasern unterscheiden sich aber - im Unterschied zu einigen vorbekannten flammgehemmten Viskosefasern - in ihren

[0024] Festigkeits- und Dehnungswerten und auch ihrer Elastizität nicht wesentlich von herkömmlichen Viskosefasern und lassen sich somit genauso verarbeiten wie diese.

[0025] Das für die erfindungsgemäßen Fasern eingesetzte Additiv (CMC) ist gesundheitlich unbedenklich und wird sogar als Lebensmitteladditiv verwendet. Eine Versprödung und Versteifung der Fasern findet nicht statt. Der flammhemmende Effekt ist unbegrenzt waschbeständig.

[0026] Dementsprechend betrifft die vorliegende Erfindung auch ein flammhemmendes Produkt, enthaltend eine regenerierte Cellulosefaser, in welcher Carboxymethylcellulose inkorporiert ist.

[0027] Das erfindungsgemäße flammhemmende Produkt ist bevorzugt **dadurch gekennzeichnet, dass** der Anteil an inkorporierter Carboxymethylcellulose in der Cellulosefaser 5 Gew.% bis 50 Gew.%, bevorzugt 15 Gew.% bis 40 Gew.%, besonders bevorzugt 20 Gew.% bis 30 Gew.%, bezogen auf underivatisierte Cellulose beträgt.

[0028] Das erfindungsgemäße flammhemmende Produkt kann bevorzugt die Viskose/CMC-Mischfaser in einem Anteil von 10% - 100% enthalten.

[0029] Das erfindungsgemäße flammhemmende Produkt ist bevorzugt aus der Gruppe bestehend aus Bekleidung, insbesondere Schutzbekleidung, Heimtextilien, insbesondere Matratzen, Automobiltextilien, Filtermaterialien und Isolationsmaterial für den Bau- und Automobilbereich ausgewählt.

BEISPIELE:

[0030] Es wurden auf an sich bekannte Weise Viskose/CMC-Mischstapelfasern mit einem Anteil von 0% (Nullmuster), 12 Gew.%, 20 Gew.% und 30 Gew.% CMC bezogen auf underivatisierte Cellulose hergestellt. Die Fasern wurden auf eine Stapellänge von 40 mm geschnitten.

[0031] Aus den Faserproben wurden Rotorringe zu je 10g hergestellt. Die Rotorringe wurden anschließend ge-

öffnet und durch einen Tamponkalander verpresst. Die hergestellten Bänder haben ein Flächengewicht von ca. 238g/m² (206 - 260 g/m²) bei einer Dicke von ca. 5mm. Für die Brandtests wurden Prüflinge der Größe 8 x 2 cm geschnitten. Die Prüfkörper wurden horizontal oder vertikal eingespannt und das freie Ende der Probe mit einem Bunsenbrenner für einen definierten Zeitraum beflammt.

[0032] Ergebnisse:

[0033] Herkömmliche Viskosefaser (0% CMC):

10 [0034] Die Muster entzündeten sich bereits bei 1 s Beflammzeit und brannten anschließend mit lebhafter Flamme bis zur vollständigen Verbrennung weiter.

[0035] Viskosefasern mit 12% bzw. 20% CMC (erfindungsgemäß):

15 [0036] Der Prüfkörper verbrennt bei direktem Kontakt mit der Brennerflamme. Bei Wegnahme der Flamme verlöscht die Probe aber sofort ("selbstverlöschend"). In einigen Fällen brannten nach Wegnahme der Flamme noch locker aus dem Prüfkörper herausstehend Einzel-
20 fasern an der Oberfläche ab.

[0037] Die Beflammzeit wurde von 1s - 10s variiert. Alle Proben verlöschten unmittelbar nach Wegnahme der Flamme. Es erhöhte sich lediglich der verbrannte Anteil durch längeren Kontakt mit der Brennerflamme.

25 [0038] Alle Proben glimmten nach dem Verlöschen nach. So kam es in allen Fällen zu einer langsamen vollständigen Veraschung der Prüfkörper.

30 Patentansprüche

1. Verwendung einer regenerierten Cellulosefaser, in welche Carboxymethylcellulose inkorporiert ist, in einem flammhemmenden Produkt.

35 2. Verwendung gemäß Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Anteil an inkorporierter Carboxymethylcellulose in der Cellulosefaser 5 Gew.% bis 50 Gew.%, bevorzugt 15 Gew.% bis 40 Gew.%, besonders bevorzugt 20 Gew.% bis 30 Gew.%, bezogen auf underivatisierte Cellulose beträgt.

40 3. Verwendung gemäß Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet dass** der Fasertiter der Cellulosefaser zwischen 0,5 dtex und 8 dtex, bevorzugt zwischen 1,3 und 6 dtex liegt.

45 4. Verwendung gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet dass** die Faserlänge der Cellulosefaser von 2 mm bis 80 mm beträgt.

50 5. Verwendung gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Faser ein weiteres flammhemmendes Additiv enthält.

55 6. Verwendung gemäß Anspruch 5, **dadurch gekennzeichnet, dass** das weitere flammhemmende Addi-

tiv aus der Gruppe bestehend aus halogenhaltigen Additiven, phosphorhaltigen Additiven, Aluminium- und Magnesiumsalzen und Polykieselsäuren ausgewählt ist.

5

7. Flammhemmendes Produkt, enthaltend eine regenerierte Cellulosefaser, in welcher Carboxymethylcellulose inkorporiert ist. 5

8. Flammhemmendes Produkt gemäß Anspruch 7, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Anteil an inkorporierter Carboxymethylcellulose in der Cellulosefaser 5 Gew.% bis 50 Gew.%, bevorzugt 15 Gew.% bis 40 Gew.%, besonders bevorzugt 20 Gew.% bis 30 Gew.%, bezogen auf underivatisierte Cellulose beträgt. 10
15

9. Flammhemmendes Produkt gemäß einem der Ansprüche 7 oder 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** es die regenerierte Cellulosefaser in einem Anteil von 10% - 100% enthält. 20

10. Flammhemmendes Produkt gemäß einem der Ansprüche 7 bis 9, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Bekleidung, insbesondere Schutzbekleidung, Heimtextilien, insbesondere Matratzen, Automobiltextilien, Filtermaterialien und Isolationsmaterial für den Bau- und Automobilbereich. 25

30

35

40

45

50

55



EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung
EP 09 45 0141

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (IPC)
X	US 2 805 176 A (MULLIGAN FRANCIS J) 3. September 1957 (1957-09-03) * Spalte 2, Zeilen 3-19 * * Spalte 3, Zeilen 41-55 * * Spalte 12, Zeile 71 - Spalte 13, Zeile 13 * * Beispiele I, II * -----	1-10	INV. D01F2/06 D01F1/07
A	US 3 974 251 A (CREMER JOSEPH ET AL) 10. August 1976 (1976-08-10) * Zusammenfassung; Beispiele 1,2 * * Spalte 3, Zeilen 22-32 * -----	1-10	
A	US 6 130 327 A (WOLF RAINER [CH] ET AL) 10. Oktober 2000 (2000-10-10) * Zusammenfassung; Beispiele 1,2 * -----	1-10	
Y,D	US 3 734 683 A (GUPTA V ET AL) 22. Mai 1973 (1973-05-22) * Spalte 1, Zeile 53 - Spalte 2, Zeile 19 * -----	1-10	
Y,D	US 4 289 824 A (SMITH FREDERICK R) 15. September 1981 (1981-09-15) * Zusammenfassung * -----	1-10	RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (IPC) D01F
Y,D	US 4 199 367 A (SMITH FREDERICK R [US]) 22. April 1980 (1980-04-22) * Zusammenfassung * -----	1-10	
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort Den Haag		Abschlußdatum der Recherche 8. Januar 2010	Prüfer Malik, Jan
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : nichtschriftliche Offenbarung P : Zwischenliteratur		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentedokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	

EPO FORM 1503 03.82 (P04C03)

**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT
ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 09 45 0141

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentdokumente angegeben.

Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am

Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

08-01-2010

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
US 2805176	A	03-09-1957	KEINE
US 3974251	A	10-08-1976	BE 811918 A1 08-07-1974 CA 1027722 A1 14-03-1978 CH 572528 A5 13-02-1976 DD 110063 A5 05-12-1974 DE 2311180 A1 19-09-1974 DK 141340 B 25-02-1980 FR 2222460 A1 18-10-1974 GB 1414770 A 19-11-1975 IT 1003704 B 10-06-1976 NL 7402278 A 10-09-1974 SE 400096 B 13-03-1978 SU 490297 A3 30-10-1975
US 6130327	A	10-10-2000	AT 225379 T 15-10-2002 AU 720168 B2 25-05-2000 AU 6360996 A 05-02-1997 BR 9609652 A 23-02-1999 CA 2225943 A1 23-01-1997 CN 1193987 A 23-09-1998 WO 9702315 A1 23-01-1997 EP 0836634 A1 22-04-1998 ES 2184879 T3 16-04-2003 JP 11511185 T 28-09-1999 JP 3881694 B2 14-02-2007 NO 980011 A 02-01-1998 PT 836634 E 28-02-2003
US 3734683	A	22-05-1973	KEINE
US 4289824	A	15-09-1981	KEINE
US 4199367	A	22-04-1980	KEINE

EPO FORM P0461

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82

IN DER BESCHREIBUNG AUFGEFÜHRTE DOKUMENTE

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde ausschließlich zur Information des Lesers aufgenommen und ist nicht Bestandteil des europäischen Patentdokumentes. Sie wurde mit größter Sorgfalt zusammengestellt; das EPA übernimmt jedoch keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

In der Beschreibung aufgeführte Patentdokumente

- US 3734683 A [0008]
- US 4199367 A [0014]
- US 4289824 A [0014]