

(19)



(11)

EP 3 006 608 A1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:
13.04.2016 Patentblatt 2016/15

(51) Int Cl.:
D01F 1/07 (2006.01) D01F 2/06 (2006.01)

(21) Anmeldenummer: **15003343.9**

(22) Anmeldetag: **14.05.2012**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
**AL 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 RS SE SI SK SM TR**

(30) Priorität: **12.05.2011 DE 102011101321**

(62) Dokumentnummer(n) der früheren Anmeldung(en)
nach Art. 76 EPÜ:
12722080.4 / 2 707 526

(71) Anmelder: **Glanzstoff Bohemia s.r.o.
41017 Lovosice (CZ)**

(72) Erfinder:
• **Müller, Bernhard
2500 Baden (AT)**
• **Gebert-Germ, Martin
2580 Horn (AT)**

(74) Vertreter: **Leinweber & Zimmermann
Rosental 7, II. Aufgang
80331 München (DE)**

Bemerkungen:

Diese Anmeldung ist am 23-11-2015 als
Teilanmeldung zu der unter INID-Code 62 erwähnten
Anmeldung eingereicht worden.

(54) **FLAMMHEMMENDE CELLULOSE-REGENERATFILAMENTFASERN UND VERFAHREN ZU
DESSER HERSTELLUNG**

(57) Bei einem Verfahren zur Herstellung von Cellu-
loseregeneratfasern, bei dem Partikel eines flammhem-
menden Feststoffes in die Faser inkorporiert werden,
werden die Partikel in eine Form gebracht, deren Dimen-
sion in einer Partikelhauptachse größer ist als in den bei-

den dazu orthogonalen Partikelnebenachsen, und die
Partikelhauptachsen in der Faser in einer zu dessen
Spinnrichtung parallelen Vorzugsrichtung ausgerichtet
sind.

EP 3 006 608 A1

Beschreibung

[0001] Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Herstellung von Celluloseregeneratfaser, bei dem Viskose mit einer Dispersion von Partikeln eines flammhemmenden Feststoffes in einem Dispersionsmittel in einem bestimmten Mengenverhältnis gemischt und die dadurch entstandene Mischung gemäß bestimmten Spinnparametern naßgesponnen wird, sowie auf eine insbesondere durch dieses Verfahren hergestellte Celluloseregeneratfaser, sowie auf weitere Verfahren zur Herstellung von Regenerat-Cellulosefasern, insbesondere in Form von Multifilamenten sowie auf Multifilamentgarne und daraus gebildete textile Flächegebilde (insbesondere gemäß ISO11612).

[0002] Es sind bereits Verfahren zur Herstellung flammfester Celluloseregeneratfasern bekannt, bei denen jedoch häufig Festigkeitsverluste auftreten.

[0003] Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren der eingangs genannten Art und eine flammfeste Celluloseregeneratfaser, insbesondere -endlosfaser, zu schaffen, bei denen nur geringe Festigkeitsverluste auftreten und die Festigkeit der Faser insbesondere den hohen Anforderungen für Schutzkleidung genügt, insbesondere nach ISO11612.

[0004] Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe hinsichtlich des Verfahrens dadurch gelöst, dass die Partikel in eine Form gebracht werden, deren Dimension in einer Partikelhauptachse größer ist als in den beiden dazu orthogonalen Partikelnebenachsen und die Partikelhauptachsen in der Faser in einer zu deren Spinnrichtung parallelen Vorzugsrichtung ausgerichtet werden.

[0005] Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren werden also die Hauptachsen der in die Faser inkorporierten Partikel derart ausgerichtet, dass im Idealfall ihre Hauptachsen parallel zur Spinnrichtung des Filaments ausgerichtet sind. In der Praxis genügt eine Annäherung an diesen Idealzustand, die darin besteht, dass die Orientierungsdichtefunktion der inkorporierten Partikel in der Spinnrichtung des Filaments ihr Maximum annimmt. Vorzugsweise beträgt das Verhältnis des Partikeldurchmessers in der durch die beiden Partikelnebenachsen aufgespannten Ebene zu der längs der Hauptachse gemessenen Länge des Partikels etwa 1:3. Vorzugsweise ist die Form der Partikel ein Drehellipsoid.

[0006] Durch eine geeignete Wahl der Spinnparameter, insbesondere der Abzugsgeschwindigkeit, lassen sich flammhemmende Celluloseregeneratfasern mit einem LOI größer als 26, insbesondere 27 und Festigkeiten größer als 25 cN/tex und bevorzugt von größer als 26 cN/tex, weiter bevorzugt von größer als 29 und insbesondere von 30 cN/tex herstellen. Die Abnahme der Reißfestigkeit im konditionierten Zustand der flammhemmenden Celluloseregeneratfilamentfaser gegenüber einer vergleichbaren Regeneratfilamentfaser, die jedoch keine flammhemmenden Partikel enthält, ist insbesondere kleiner als 28 %. Vorzugsweise ist eine Festigkeitsabnahme von weniger als 25 % und insbesondere bevorzugt eine Festigkeitsabnahme von weniger als 20 % erzielbar. Ein weiterer geeignet zu wählender Parameter ist die Nachverstreckung der Faser in einem zweiten Bad.

[0007] In einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens ist vorgesehen, dass die Partikelgrößenverteilung der als Ausgangsstoff des Verfahrens verwendeten Dispersion vor ihrer Zuführung zum Mischvorgang in einer düsenbasierten Dispergiereinrichtung eingestellt wird.

[0008] Beispielsweise beträgt der gesamte Feststoffanteil einer unter dem Handelsnamen Viskofil® Exolit 5060 VP2988 erhältlichen flammhemmenden Dispersion chargen- und rezepturabhängig zwischen 51 bis 56 Prozent, wobei chargenabhängig der Anteil des flammhemmenden Stoffs zwischen 41 bis 47, insbesondere 45 Prozent, insbesondere 43 bis 47 (45) Prozent variiert. In der düsenbasierten Dispergiereinrichtung, bei der es sich vorzugsweise um eine unter der Produktbezeichnung Serendip Dispersion Device, beispielsweise Serendip LPN 60 oder Serendip 500 erhältliche Einrichtung handelt, werden durch den Transport und/oder die Lagerung entstandene Agglomerate dieser im Handel erhältlichen Dispersion aufgebrochen. Bereits nach kurzer Energieeinwirkung stellt sich dadurch eine Partikelgrößenverteilung ein, deren mittlerer Partikeldurchmesser in einem besonders günstigen Bereich zwischen 0,7 und 0,8 µm liegt und die eine sehr enge Korngrößenverteilung aufweist.

[0009] Weiterhin erweist es sich als vorteilhaft, dass der als Ausgangsstoff des Verfahrens verwendeten Dispersion vor ihrer Zuführung zum Mischvorgang mindestens ein zusätzliches Dispergiermittel zugegeben wird. Das Dispergiermittel kann sowohl aus der Gruppe der anionischen, kationischen als auch der nicht ionischen Dispergatoren stammen.

[0010] Die Zugabe der zusätzlichen Dispergiermittel begünstigt insbesondere eine Verfahrensführung, bei der eine Filterung der Mischung, aus der die Celluloseregeneratfaser gesponnen wird, nur in zwei Grobfiltern durchgeführt wird, in denen Partikel größer als 25 µm zurückgehalten werden. Eine apparative Filterabfolge aus einem 10 µm-Feinfilter und einem 30 µm-Grobfilter, wie sie im Stand der Technik gemäß EP 1 882 760 vorgeschlagen wird, ist hierbei nicht erforderlich. Das erfindungsgemäße Verfahren ist hierdurch deutlich wirtschaftlicher, weil ausschließlich die beiden in der Anschaffung und Wartung günstigeren Grobfilter zur Anwendung kommen.

[0011] Besonders bevorzugt ist die Verwendung eines Kapillartiters von 1,8 dtex und Lochdurchmessern der Spinn-düsen von 40 bis 60 µm. Der durchschnittliche Durchmesser der Einzelfaser beträgt zwischen 10 bis 30 µm, vorzugsweise 11 bis 20 µm, eine bevorzugte Obergrenze für den Kapillartiter ist 2,6 dtex. Für Garntiter von unter 330 dtex liegt der bevorzugte Kapillartiter im Bereich von 2,2 bis 2,6 dtex.

[0012] Im Rahmen der Erfindung ist weiterhin vorgesehen, dass die Viskose dem Mischvorgang als Förderstrom einer

Viskosepumpe zugeführt wird, deren Förderrate in Abhängigkeit von einer Messung des Drucks in dem aus dem Mischvorgang abfließenden Förderstrom geregelt wird. Bei dieser Viskosepumpe kann es sich beispielsweise um eine Zahnradpumpe handeln.

[0013] Eine weitere vorteilhafte Ausgestaltung des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht darin, dass die Dispersion dem Mischvorgang von einer Dosierpumpe zugeführt wird, deren Förderrate in Abhängigkeit von einer Messung des dem Mischvorgang zugeführten Massenflusses der Dispersion geregelt wird. Eine gleichmäßige Dosierung des Eintrags an Dispersion in die Cellulose ist für die Festigkeit der Regeneratfaser von besonderer Bedeutung. Die Einhaltung eines festgelegten konstanten Verhältnisses aus Dispersion zu Viskose könnte beispielsweise mechanisch in Form eines Getriebes zwischen der Viskosepumpe und der Dosierpumpe realisiert werden. Hierdurch würde jedoch nur das Verhältnis der Volumenströme konstant gehalten. Dagegen ermöglicht die massenflußabhängige Regelung der Dosierpumpe eine gleichmäßige Dosierung der Dispersion. Als Massendurchflußmesser wird bevorzugt ein Coriolls-Massendurchflußmesser verwendet. Als Dosierpumpe kommt bevorzugt eine Exzentrerschneckenpumpe zur Anwendung, da diese bei Dispersionen mit hohem Feststoffanteil deutlich längere Standzeiten ermöglicht.

[0014] Vorzugsweise ist der α -Cellulosegehalt des eingesetzten Zellstoffes größer als 97,5, insbesondere 98 Prozent mit einem DP größer 400, insbesondere größer als 1500 um die erfindungsmäßigen Festigkeiten zu erreichen, sowie einen DP der Viskose von größer als 400.

[0015] Weiter bevorzugt handelt es sich bei dem Zellstoff zudem um einen Kraft-Nadelholz-Zellstoff mit einem α -Cellulosegehalt von größer als 97,5% mit insbesondere monomodaler Molekulargewichtsverteilung.

[0016] Die Viskosität der Viskose ist vorzugsweise größer als 100 kfs bei 20°C und die inkorporierten, wasserunlöslichen flammhemmenden Partikel weisen eine drehellipsoidische Form auf, deren längere Hauptachsen in einer zur Verstreckungsrichtung der Faser parallelen Vorzugsrichtung ausgerichtet sind. Dadurch kann eine besonders hohe Festigkeit erreicht werden.

[0017] Vorzugsweise wird als flammhemmender Stoff ein phosphorhaltiger Stoff, insbesondere 2,2'-oxybis[5,5-dimethyl-1,3,2-dioxaphosphorinane] 2,2' disulphide verwendet. Der Phosphorgehalt der fertigen Faser liegt bevorzugt im Bereich 2,8% bis 4,2%, besonders bevorzugt 3% bis 4% bezogen auf die α -Cellulose.

[0018] Exemplarisch sind die Grenzen der Maschinen-Parameter angeführt, innerhalb derer für den Titer 200f100 [korrigiert: 200f110] ein dem erfindungsmäßigen Verfahren entsprechendes Spinnen für den bislang beschriebenen Erfindungsaspekt bevorzugt ist.

	cN/100	Spinnbad	B-Bad	Walzenhelzung	Verstreckung	Abzug
Titer	dtex	[°C]	[°C]	[°C]	[%]	[m/min]
200f110 HT-FR	240-310	50-70	75-98	75-95	>70	>60

[0019] In einem weiteren Aspekt betrifft die Erfindung allgemein ein Verfahren zur Herstellung von Celluloseregneratfaser, insbesondere einer Multifilamentfaser, bei dem der Viskose vor dem Nass-Spinnen noch ein Feststoff zugegeben wird, und bei dem nach dem zumindest teilweise Koagulieren der Filamente im Spinnbad folgend dem Extrudieren der Spinnmasse noch eine Verstreckung im Zweitbad stattfindet, aus welchem die Filamente mit einer Endabzugsge-
schwindigkeit abgezogen werden.

[0020] Es hat sich herausgestellt, dass nach diesem Verfahren aus Viskose hergestellte Multifilamente entweder hinsichtlich ihrer Festigkeiten den modernen textilen Anforderungen nicht mehr genügen oder andernfalls, wenn sie den Anforderungen hinsichtlich der erzielbaren Festigkeiten genügen, Schwierigkeiten bei der Weiterverarbeitung der Multifilamentgarne zu textilen Gebilden auftreten, insbesondere wenn das Multifilament als Kettmaterial eingesetzt werden soll.

[0021] Gegenwärtig hierzu verwendete Faserprodukte basieren insbesondere aufgrund der Marktknappheit an Alternativen vornehmlich auf Stapelfasergarnen unter Verwendung der Lenzing® FR-Faser. Gerade für den Einsatz als Kettmaterial sind diese Stapelfasergarne aber nur bedingt geeignet.

[0022] Diesem weiteren Aspekt der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren wie oben genannt so weiterzubilden, dass sich die Weiterverarbeitbarkeit der damit hergestellten Faserprodukte verbessert, insbesondere im Hinblick auf eine Verwendung als Kettmaterial, insbesondere für die Herstellung hochqualitativer Textilprodukte zur Anwendung beispielsweise als Schutzkleidung.

[0023] Diese Aufgabe wird von diesem Aspekt der Erfindung durch eine Weiterbildung des genannten Verfahrens erreicht, die im wesentlichen dadurch gekennzeichnet ist, dass ein aus dem Quotienten der in Prozent bemessenen Verstreckung und der in Meter pro Minute bemessenen Endabzugsge-
schwindigkeit gebildeter dimensionsloser erster Parameter kleiner als 2,5, bevorzugt kleiner als 2,0, insbesondere kleiner als 1,67.

[0024] Im Rahmen der Erfindung ist nämlich erkannt worden, dass aufgrund einerseits der Feststoffzugabe (beispielsweise eines flammhemmenden Mittels) und andererseits durch die Verstreckung im Zweitbad (B-Bad) bei Anwendung bekannter Verfahrensparameter die Gefahr einer erhöhten Sprödigkeit der hergestellten Fasern besteht, welche sich

unmittelbar negativ auf die Oberflächeneigenschaften der hergestellten Fasern und Garne auswirkt. Mit der erfindungsgemäßen Wahl des ersten Parameters werden dagegen trotz Feststoffzugabe und durch Verstreckung erzielter Festigkeit verbesserte Oberflächeneigenschaften der hergestellten Fasern erreicht, insbesondere glattere Faseroberflächen.

[0025] Auf diese Weise ist es nicht mehr erforderlich, ökonomisch wie ökologisch wenig attraktive Gegenmaßnahmen in Form zusätzlicher, die Oberfläche temporär modifizierenden Arbeitsschritte wie z.B. Schlichten und Schärölen heranzuziehen.

[0026] Mikroskopisch gesehen sind Brüche einzelner Kapillaren als Folge von Spinnfehlern eine wesentliche Ursache für eine sich verschlechternde Oberflächenqualität, die sich in Form von Dickstellen am Garn bemerkbar machen und landläufig als Flusen bezeichnet werden. Im Zuge der nachgelagerten textilen Arbeitsschritte, z.B. beim Zwirnen, Weben oder Stricken nehmen diese an Größe kontinuierlich zu. Durch die mechanische Beanspruchung des Garnes durch Reibung an z.B. Umlenkrollen, Ösen, Schärgeräten usw. können sich diese losen Kapillaren aufschieben, wodurch die Flusen sukzessive an Größe zunehmen.

[0027] Quantitativ lässt sich die Oberflächenqualität der Endlosfaser somit durch die Anzahl der Flusen pro Mengeneinheit der Faser, beispielsweise pro 1000 Meter Länge (oder per Kilogramm Garn) bestimmen. Im Rahmen dieser Erfindung wird unter der Anzahl der Flusen pro 1000 Meter die Anzahl der durch ein Messgerät feststellbaren Fehlstellen am Garn pro 1000 Meter Länge verstanden, wobei ein einziges gebrochenes Einzelfilament bereits eine solche Fehlstelle verursachen kann, zwei oder mehrere an der gleichen Stelle gebrochenen Einzelkapillaren jedoch nicht doppelt oder mehrfach gezählt werden. Ein geeignetes Messgerät ist beispielsweise ein Elkometer III von der Firma Textechno.

[0028] Durch das erfindungsgemäße Verfahren können Obergrenzen für ein ungezwirntes Garn von 4 Flusen/1000 Meter, aber auch 2 Flusen/1000 Meter, sogar 1,5 Flusen/1000 Meter erreicht und eingehalten werden. Dies gelingt auch mit eingesponnenen Pigmenten in einer Menge von mehr als 15%, insbesondere auch im Bereich von 18% bis 25%, wobei sich diese Prozentangaben auf Gewichtsprozente bezogen auf die α -Cellulose beziehen. Desweiteren lassen sich mit dem erfindungsgemäßen Verfahren auch gezwirnte Garne mit Flusenwerten von 1 Fluse pro 1000 Meter oder weniger, insbesondere von 0,6 Flusen pro 1000 Meter oder weniger erreichen, und dies selbst bei einem eingesponnenen phosphorhaltigen Flammenschutzmittel bei einem auf Cellulose bezogenen Phosphorgehalt von 3% bis 4% und in industrieller Fertigung.

[0029] Zur Erläuterung des erfindungsgemäß gebildeten dimensionslosen ersten Parameters kann nachstehendes Kurzbeispiel herangezogen werden. Beispielsweise werde im Zweitbad eine Verstreckung um 80% vorgenommen, bei einer Endabzugsgeschwindigkeit von 70 Meter/Minute. Dann beträgt der erste Parameter $80/70 = 1,14$.

[0030] Bevorzugt ist der erste Parameter größer als 0,75, insbesondere größer als 1,0. Auch kann der erste Parameter weiter bevorzugt kleiner als 1,5 sein, bevorzugt kleiner als 1,33, insbesondere als 1,25. Damit lassen sich besonders gute Oberflächeneigenschaften der Fasern herstellen.

[0031] Bevorzugt ist ein dimensionloser zweiter Parameter, der nicht wie der erste Parameter aus dem Quotienten sondern aus dem Produkt der beiden Größen gebildet ist, im Bereich von 3200 aufwärts, bevorzugt größer als 3600, insbesondere größer als 4000, allerdings bevorzugt im Bereich von kleiner als 8000, bevorzugt kleiner als 7500, insbesondere kleiner als 7000.

[0032] In diesem Zusammenhang ist vorgesehen, dass als Absolutwert für die Endabzugsgeschwindigkeit wenigstens ein Wert von 40 m/min, bevorzugt wenigstens 50, weiter bevorzugt wenigstens 60 und insbesondere wenigstens > 65 m/min erreicht wird. Hinsichtlich der Verstreckung soll um wenigstens 60%, vorzugsweise mit mehr als 70% verstreckt werden, aber bevorzugt um nicht mehr als 120%, insbesondere nicht mehr als 100%.

[0033] In einer weiteren vorteilhaften Weiterbildung der Erfindung wird der Titer des gebildeten Multifilaments spezifisch berücksichtigt. Dabei ist vorgesehen, dass ein aus dem Quotienten des zweiten Parameters und der Wurzel des in dtex gemessenen Titers des Multifilaments gebildeter dimensionsloser dritter Parameter nicht kleiner ist als 300, bevorzugt größer als 330, weiter bevorzugt größer als 360 ist und insbesondere größer als 400 ist. Die Titerangabe bezieht sich dabei auf den Gesamtiter des Multifilaments, beträgt dieser beispielsweise 225, und der zweite Parameter liegt bei 6300, so ergibt sich der dritte Parameter zu 420. Diese Werte des dritten Parameters beziehen allerdings vornehmlich auf Multifasern mit einem Gesamtiter von 330 dtex oder weniger, können jedoch auch noch für etwas höhere Titer bis etwa in den Bereich von 600 dtex herangezogen werden. Grundsätzlich ist allerdings für Gesamtiter von größer als 330 dtex, insbesondere von größer als 600 dtex oder sogar größer als 900 dtex eine Untergrenze für den dritten Parameter von 160, insbesondere 200 bevorzugt.

[0034] Als Obergrenze für den so gebildeten dritten Parameter wird der Wert 680 bevorzugt. Weiter bevorzugt soll der dritte Parameter 600 oder kleiner, weiter bevorzugt kleiner als 530 und insbesondere kleiner als 500 sein.

[0035] Hinsichtlich der zugegebenen Feststoffmenge soll die bezogen auf die α -Cellulose in Prozent angegebene Gesamtmenge derartiger wasserunlöslicher Pigmente bevorzugt 25% nicht überschreiten. Desweiteren wird bevorzugt, dass sich die in Meter pro Minute bemessene Endabzugsgeschwindigkeit unter der Kurve $95 - 0,025 x^2$, bevorzugt unter der Kurve $90 - 0,016 x^2$ bewegen.

[0036] Im Hinblick auf Anwendungen, die eine Feuerfestigkeit der aus der Faser hergestellten Gebilde erfordern, wird als Feststoff bevorzugt ein phosphorhaltiges Flammenschutzmittel zugegeben. Die Zugabe erfolgt bevorzugt durch Zugabe

einer Dispersion der Partikel. Insbesondere kann die Zugabe zu der ansonsten bereits spinnfertigen Masse erfolgen. Die oben bereits genannten Dispersionsmittel können auch hier Anwendung finden.

[0037] Hinsichtlich des Gesamttiters der Multifilamentfaser wird eine Faserstärke von nicht unter 60 dtex bevorzugt. Desweiteren wird bevorzugt, dass der Gesamttiter der Faser nicht größer als 2500 dtex ist. Hinsichtlich der Kapillartiter wird ein Bereich von 1,8 bis 2,6 dtex als bevorzugt angesehen, insbesondere im Bereich von 2,2 bis 2,6 dtex, wobei letzteres insbesondere für Gesamtgarntiter von unter 330 dtex als vorteilhaft angesehen wird. Als durchschnittliche Durchmesser der Einzelfaser wird ein Bereich zwischen 10 und 30 μm , bevorzugt zwischen 11 und 20 μm als vorteilhaft angesehen.

[0038] Desweiteren wird bevorzugt vorgesehen, dass sich die Menge x_{FR} des phosphorhaltigen flammhemmenden Feststoffes bei vorgegebenem Gesamttiter T des Multifilaments so zudosiert wird, dass sie in Prozent auf die α -Cellulose bezogen überhalb von $16,5 + (290-T)/90$, bevorzugt über $17 + (290-T)/90$ liegt, und insbesondere unter $19 + (290-T)/90$, weiter bevorzugt unter $18,5 + (290-T)/90$. Insbesondere wird an das in Anspruch 10 angegebene Flammenschutzmittel gedacht. Diese Mengen für x_{FR} gelten vornehmlich für Gesamttiter im Bereich von 330 oder kleiner. Für Gesamttiter im Bereich von 330 oder größer sollte x_{FR} bevorzugt im Bereich zwischen 17,5 bis 19,0% liegen.

[0039] Desweiteren wird unter diesem Aspekt der Erfindung ein aus Viskose gesponnenes und gezwirntes Multifilament unter Schutz gestellt, das insbesondere nach einem der oben beschriebenen Verfahreneris Aspekte hergestellt wurde, und bei dem zum einen eine Flusenzahl von 2 Flusen pro 1000 Meter Länge nicht überschritten ist, bevorzugt eine Flusenzahl von 1 Fluse pro 1000 Meter nicht überschritten ist, insbesondere von 0,5 Flusen pro 1000 Meter, und das zum anderen einen Phosphorgehalt bezogen auf die α -Cellulose von 2,8% oder höher, bevorzugt 3% oder höher, insbesondere 3,2% oder höher aufweist sowie von 4,2% oder weniger, bevorzugt 4% oder weniger, insbesondere 3,8% oder weniger. Das Zwirnen erfolgt auf geeigneten Zwirmmaschinen, beispielsweise und bevorzugt auf Ringzwirmmaschinen der Marke Ratti auf S500.

[0040] Insbesondere wird bevorzugt, dass eine Obergrenze für das Produkt aus Flusenzahl pro 1000 Meter Länge und bezogen auf die α -Cellulose in Prozent angegebenen Phosphorgehalt nicht größer als 8 ist, weiter bevorzugt nicht größer als 6 ist, nochmals weiter bevorzugt nicht größer als 4 ist und insbesondere nicht größer als 3 ist.

[0041] Es werden für die fertige Faser Trockenreissfestigkeiten im konditionierten Zustand im Bereich von über 25 cN/tex erreicht. Desweiteren bleibt das daraus hergestellte Gewebe nach dem initialen Schrumpfen (erste bis zweite Wäsche) nach weiteren 50 Wäschen bei unter 5% weiterem Schrumpfen.

[0042] Die Nassfestigkeit und damit auch die Waschbeständigkeit des hergestellten Multifilaments lässt sich beispielsweise durch den Chord-Modulus, nass im gezwirnten Zustand cN/tex mit den Dehnungspunkten $E1=4\%$ und $E2=3,5\%$ angeben, wie in der BISFA, Testing Methods for Viscose, Cupro, Acetate, Triacetate, and Lyocell Filament Yarns (Cellulosic Filament Yarns), 2007-Edition, Chapter 7 (7.6.1.3) definiert. Es wird bevorzugt, dass sich das Produkt aus dem in cN/tex angegebenen so gemessenen Chord-Modulus mit der Quadratwurzel des in dtex angegebenen Titers der Faser im Bereich von nicht geringer als 280 bewegt, bevorzugt nicht kleiner als 320, insbesondere nicht kleiner als 360. Desweiteren soll dieses Produkt bevorzugt 560 nicht überschreiten, weiter bevorzugt 520 und insbesondere 480 nicht überschreiten. Diese Produktwerte gelten insbesondere für Fasern mit Gesamttiter von 330 dtex oder kleiner. In Absolutwerten sollte der Chord-Modulus bevorzugt mindestens 20 cN/tex betragen für Garntiter ≥ 200 dtex, und wenigstens 30 cN/tex für Garntiter von 120 dtex oder weniger.

[0043] Die Walzentemperatur der Trockenwalzen liegt insbesondere bei diesem zweiten Erfindungsaspekt bevorzugt im Bereich von 40°C oder höher, bevorzugt 45°C oder höher, insbesondere 50°C oder höher, und vorzugsweise 95°C oder niedriger, bevorzugt 80°C oder niedriger, insbesondere 70°C oder niedriger.

[0044] Besonders bevorzugt soll als Zellstoff der Viskose ein Zellstoff mit einer Grenzviskosität von größer 560 ml/g und einem α -Cellulosegehalt von größer als 97,5% mit insbesondere monomodaler Molekulargewichtsverteilung herangezogen werden, insbesondere ein Kraft-Nadelholz-Zellstoff. Die Grenzviskosität soll dabei nach ISO/FDIS 5351:2009 bestimmt sein (Limiting Viscosity Number $[\eta]$).

[0045] Ebenfalls von der Erfindung unter Schutz gestellt wird ein textiles Flächengebilde, das unter Einbau einer Cellulose regeneratfaser, insbesondere einem Multifilament nach einer der oben beschriebenen Eigenschaften hergestellt ist.

[0046] Im Folgenden wird das erfindungsgemäße Verfahren anhand der Figuren der Zeichnung beispielhaft erläutert. In Fig. 1 ist gezeigt:

Aus einem Rührkessel 1 wird eine Dispersion von Partikeln eines flammhemmenden Feststoffes von einer Dosierpumpe 2 über eine Rückschlagklappe 5 einem statischen Mischer 6 zugeführt. Außerdem wird dem statischen Mischer 6 über eine Viskoseförderpumpe 3 Viskose zugeführt. Aus dem statischen Mischer 6 strömt die darin gebildete Mischung aus Viskose und Dispersion in einen weiteren statischen Mischer 7 und wird dort weiterhin durchmischt.

[0047] Der den statischen Mischer 7 verlassende Förderstrom läuft durch einen Massendurchflußmesser 8 zu einer

Spinnmaschine hin, in der die Celluloseregeneratfaser ersponnen wird. Ebenso läuft der dem statischen Mischer 6 zugeführte Förderstrom der Dispersion durch einen weiteren Massendurchflußmesser 9. Eine Regeleinheit 10 erzeugt ansprechend auf die Meßsignale der Massendurchflußmesser 8 und 9 ein Regelsignal für den Antrieb der Dosierpumpe 2, durch das das Massenverhältnis der beiden Förderströme auf einen gewünschten Wert geregelt wird.

[0048] Weiterhin wird der Druck des zur Spinnmaschine geförderten Förderstroms von einem Drucksensor 4 erfaßt und in Abhängigkeit von dessen Meßsignal die Förderrate der Viskoseförderpumpe 3 geregelt.

[0049] Fig. 2 ist eine REM-Aufnahme eines jedenfalls gemäß dem ersten Aspekt dieser Erfindung hergestellten Multifilaments. Man erkennt, durch die Pfeile angedeutet, die Ausrichtung der Partikel-Hauptachse in der parallelen Vorzugsrichtung der Faser.

[0050] Desweiteren wird noch ein weiteres Ausführungsbeispiel der Erfindung wie folgt angegeben:

Es wird im industriellen Verfahren ein Multifilament mit Titer 200f76 mit kontinuierlicher Spinntechnologie hergestellt. Der Spinnmasse wurde noch das phosphorhaltige Flammenschutzpigment Viscofil Exolit 5060VP2988 zugegeben. An dieser Stelle und auch generell zu dieser Anmeldung wird unter einem industriellen Verfahren ein Verfahren verstanden, bei dem die eingesetzte Maschine eine Stundenproduktion von wenigstens 6 oder bevorzugt wenigstens 8, insbesondere wenigstens 10 kg pro Stunde erreicht.

[0051] Die Temperatur des Koagulations-Spinnbads liegt im Bereich von 58 bis 63°C, die des Verstreckungsbades im Bereich von 90 bis 94°C. Die Zugabe des Flammenschutzmittels erfolgt so, dass sich ein Feststoffgehalt im Garn (bezogen auf die α -Cellulose) von 19,8% ergibt.

[0052] Im Verstreckungsbad wird um 85% verstreckt, der Endabzug erfolgt mit einer Geschwindigkeit von 80 m/min. Daraus ergibt sich ein erster Parameter von 1,06.

[0053] Der dimensionslose zweite Parameter beträgt 6800, und der dimensionslose dritte Parameter beträgt 480.

[0054] Der Phosphorgehalt der Faser bezogen auf die α -Cellulose liegt im Bereich von 3,5%. Dennoch behält die Faser im konditionierten Zustand eine Trockenreissfestigkeit ungezwimt im Bereich von 265 bis 285 cN/100dtx.

[0055] Trotz der guten FlammSchutzwirkung und der hohen Festigkeit weist dieses Multifilamentgarn gezwirnt (S500) nur noch 0,4 bis 0,6 Flusen pro 1000 Meter auf. Es eignet sich daher hervorragend für die weitere Verarbeitung, insbesondere als Kettmaterial.

[0056] Die Erfindung ist nicht auf die in den Ausführungsbeispielen einzeln gezeigten Merkmale eingeschränkt. Vielmehr können die Merkmale der nachfolgenden Ansprüche und der vorstehenden Beschreibung einzeln oder in Kombination für die Verwirklichung der Erfindung in ihren verschiedenen Ausführungsformen wesentlich sein.

Patentansprüche

1. Aus Viskose gesponnenes und gezwirntes Multifilament, mit einer Flusenzahl von 2 Flusen pro 1000 Meter Länge oder weniger, bevorzugt 1 Fluse pro 1000 Meter oder weniger, insbesondere 0,6 Flusen pro 1000 Meter oder weniger und einem Phosphorgehalt bezogen auf die Alpha-Cellulose von 2,8 % oder höher, bevorzugt 3% oder höher, insbesondere 3,2% oder höher sowie von 4,2% oder geringer, bevorzugt 4% oder geringer, insbesondere 3,8% oder geringer.
2. Multifilament nach Anspruch 1, bei der das Produkt aus in cN/tex angegebenem Chord-Modulus [3,5%-4% nass] im gezwirnten Zustand mit der Quadratwurzel des in dtx angegebenen Titers 280 oder größer, bevorzugt 320 oder größer, insbesondere 360 oder größer ist und bevorzugt 560 oder kleiner, weiter bevorzugt 520 oder kleiner, insbesondere 480 oder kleiner ist.
3. Multifilament nach einem der Ansprüche 1 bis 2, bei dem als eingesetzter Zellstoff ein Zellstoff mit einer Grenzviskosität von größer 560 ml/g und einem α -Cellulosegehalt von größer als 97,5% mit insbesondere monomodaler Molekulargewichtsverteilung ist, insbesondere ein Kraft-Nadelholz-Zellstoff.
4. Verfahren zur Herstellung von Celluloseregeneratfaser, insbesondere einer Multifilamentfaser, bei dem Viskose nach Zugabe eines Feststoffes in einem bestimmten Mengenverhältnis vermischt und die dadurch entstandene Mischung gemäß bestimmten Parametern nassgesponnen und nach Fällung im Spinnbad in einem Zweitbad verstreckt und daraus endabgezogen wird, **dadurch gekennzeichnet, dass** ein aus dem Quotienten der in Prozent bemessenen Verstreckung und der in Meter pro Minute bemessenen Endabzugsgeschwindigkeit gebildeter dimensionsloser erster Parameter kleiner ist als 2,5, bevorzugt kleiner als 2,0, insbesondere kleiner als 1,67.

5. Verfahren nach Anspruch 4, bei dem ein aus dem Produkt der in Prozent bemessenen Verstreckung und der in Meter pro Minute bemessenen Endabzugsgeschwindigkeit gebildeter dimensionsloser zweiter Parameter größer ist als 3200, bevorzugt größer als 3600, insbesondere größer als 4000, und der zweite Parameter insbesondere kleiner ist als 8000, bevorzugt kleiner als 7500, insbesondere kleiner als 7000.
6. Verfahren nach Anspruch 5, bei dem ein aus dem Quotienten des zweiten Parameters und der Wurzel des in dtex gemessenen Titers des Multifilaments gebildeter dimensionsloser dritter Parameter größer ist als 300, bevorzugt größer als 330, weiter bevorzugt größer als 360 und insbesondere größer als 400 ist und/oder kleiner ist als 680, bevorzugt kleiner als 600, weiter bevorzugt kleiner als 530, insbesondere kleiner ist als 500.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 4 bis 6, bei dem die Menge x_{FR} des phosphorhaltigen flammhemmenden Feststoffes in Abhängigkeit von dem in dtex angegebenen Gesamttiter T des Multifilaments so zugegeben wird, dass sie in Prozent auf die α -Cellulose bezogen über $16,5+(290-T)/90$, bevorzugt über $17+(290-T)/90$ liegt, und insbesondere unter $19+(290-T)/90$ liegt, weiter bevorzugt unter $18,5+(290-T)/90$, wenn T 330 dtex oder geringer ist, und sie insbesondere im Bereich 17,5 bis 19,0% liegt, wenn T größer als 330 dtex ist.
8. Verfahren zur Herstellung von Celluloseregeneratfaser, bei dem Viskose mit einer Dispersion von Partikeln eines flammhemmenden Feststoffes in einem Dispersionsmittel in einem bestimmten Mengenverhältnis gemischt und die dadurch entstandene Mischung gemäß bestimmten Spinnparametern naßgesponnen wird, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Partikel in eine Form gebracht werden, deren Dimension in einer Partikelhauptachse größer ist als in den beiden dazu orthogonalen Partikelnebenachsen und die Partikelhauptachsen in der Faser in einer zu deren Spinnrichtung parallelen Vorzugsrichtung ausgerichtet werden.
9. Verfahren nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Formgebung der Partikel und die Ausrichtung ihrer Hauptachsen durch eine Einstellung der Spinnparameter erfolgt.
10. Verfahren nach einem der Ansprüche 8 bis 9, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Partikelgrößenverteilung der als Ausgangsstoff des Verfahrens verwendeten Dispersion vor ihrer Zuführung zum Mischvorgang in einer düsenbasierten Dispergiereinrichtung eingestellt wird.
11. Verfahren nach einem der Ansprüche 8 bis 10, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Dispersion dem Mischvorgang von einer Dosierpumpe zugeführt wird, deren Förderrate in Abhängigkeit von einer Messung des dem Mischvorgangs zugeführten Massenflusses der Dispersion geregelt wird.
12. Verfahren nach einem der Ansprüche 8 bis 11, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Viskose aus einem Zellstoff gewonnen wird, dessen Gehalt an alpha-Cellulose größer als 98 Prozent ist und die Viskosität der Viskose größer als 100 kfs ist.
13. Aus mit flammhemmenden Partikeln dotierter Viskose ersponnene Celluloseregeneratfaser, insbesondere hergestellt nach einem der Ansprüche 8 bis 12, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Abnahme seiner Trockenreißfestigkeit gegenüber einer identischen aus undotierter Viskose hergestellten Celluloseregeneratfaser kleiner als 28 Prozent, bevorzugt kleiner als 25 Prozent, und besonders bevorzugt kleiner als 20 Prozent ist.
14. Cellulosefaser nach Anspruch 13, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Partikel eine Form aufweisen, deren Dimension in einer Partikelhauptachse größer ist als in den beiden dazu orthogonalen Partikelnebenachsen und die Partikelhauptachsen in der Faser in einer zu dessen Spinnrichtung parallele Vorzugsrichtung ausgerichtet sind.
15. Textiles Flächengebilde, hergestellt unter Einbau einer Celluloseregeneratfaser, insbesondere einem Multifilament nach einem der Ansprüche 13 oder 14 und/oder einem Multifilament nach Anspruch 1 bis 3.

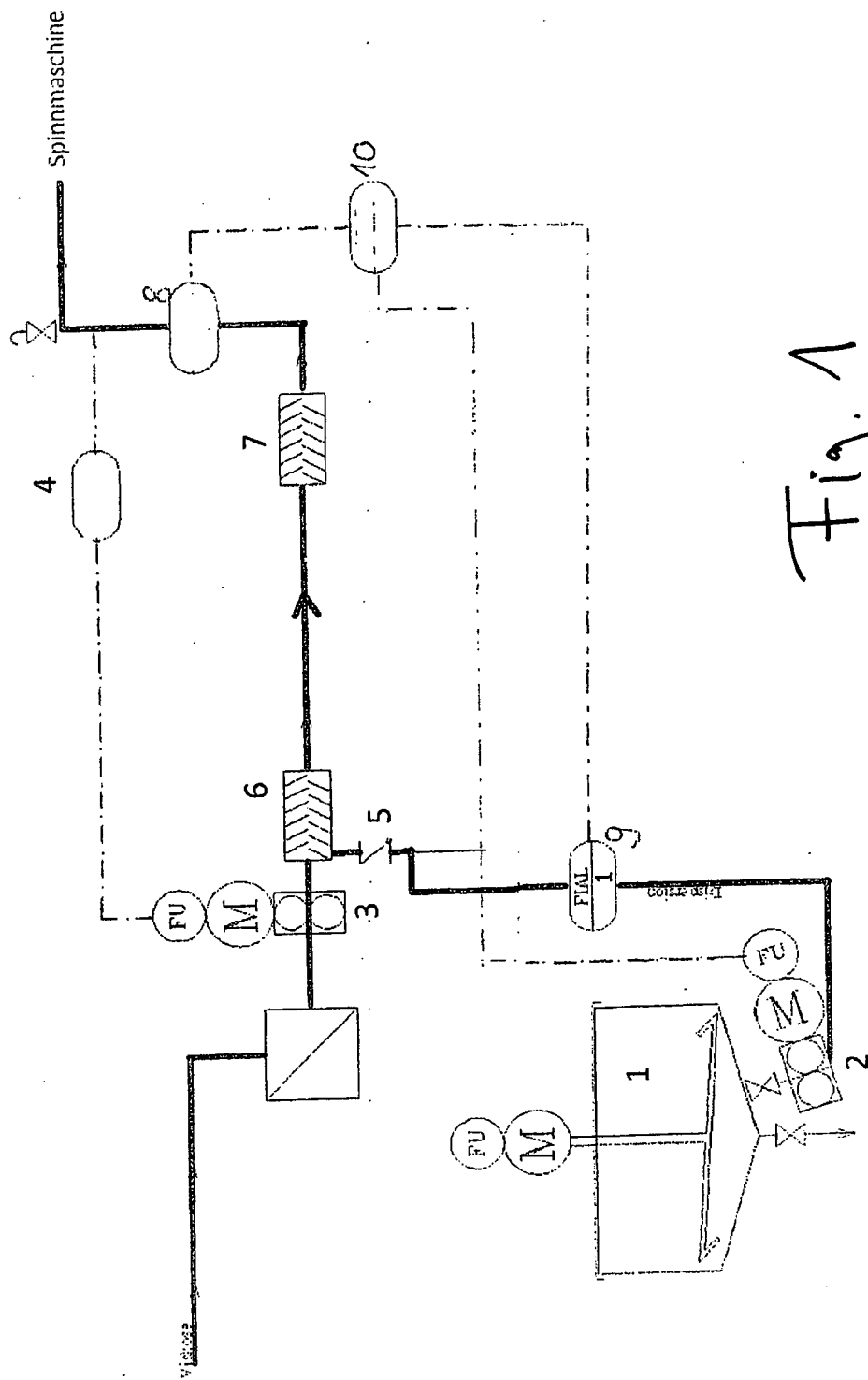


Fig. 1

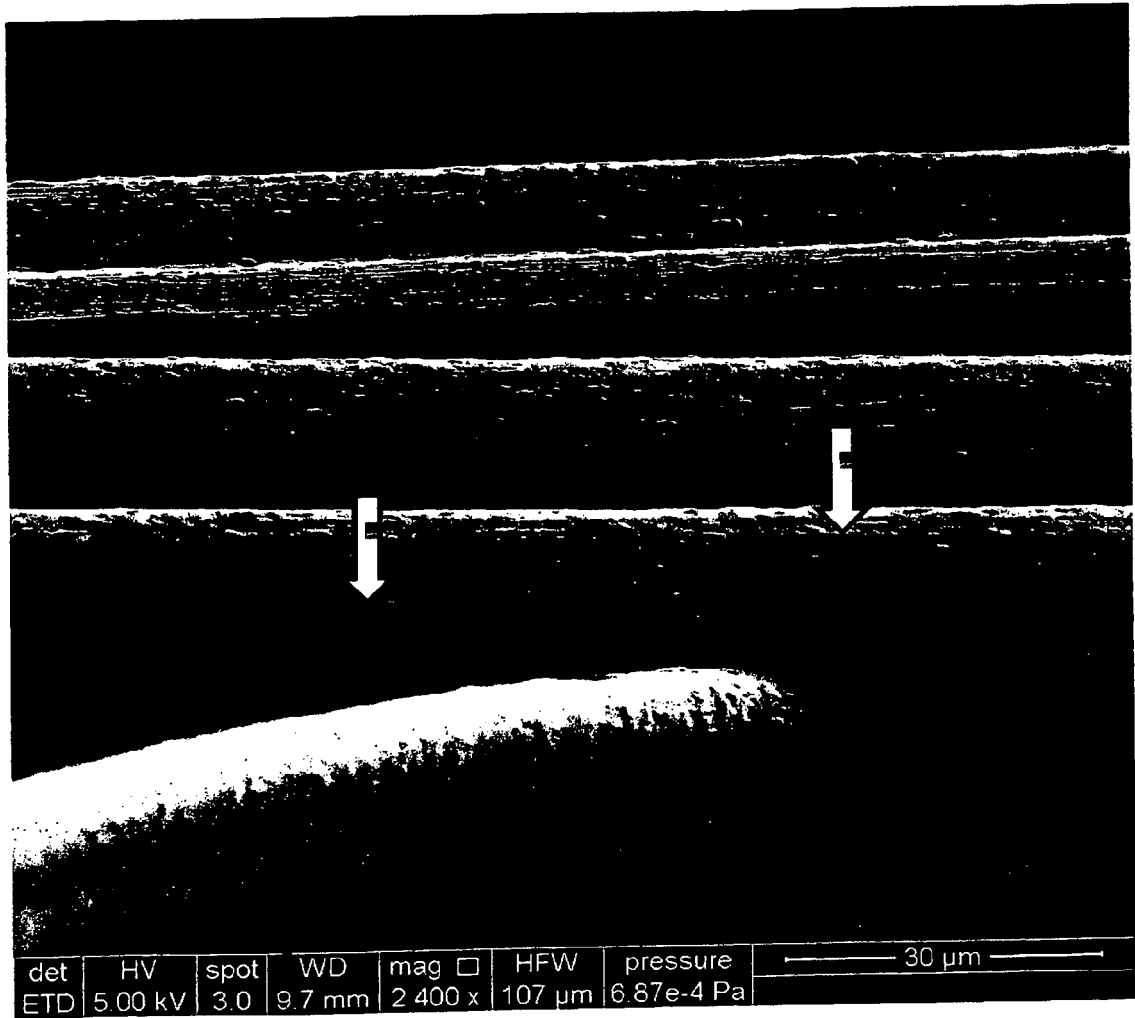


Fig. 2



EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

 Nummer der Anmeldung
EP 15 00 3343

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (IPC)
A	US 2010/190402 A1 (TOZZI-SPADONI FRANCESCO [IT] ET AL) 29. Juli 2010 (2010-07-29) * Beispiel 1 *	1-3,15	INV. D01F1/07 D01F2/06
A	WO 2011/026159 A1 (CHEMIEFASER LENZING AG [AT]; KRONER GERT [AT]) 10. März 2011 (2011-03-10) * Beispiele 1-3 *	1-3,15	
A	CHOU DHARY M S ET AL: "Investigation of the action of flame retardants in cellulose. I. Investigation of the flame retardant action of 2,2-oxybis(5,5-dimethyl-1,3,2-dioxaphosphorinane-2,2-disulfide) in cellulose", JOURNAL OF APPLIED POLYMER SCIENCE, JOHN WILEY & SONS, INC, US, Bd. 30, Nr. 11, 1. November 1985 (1985-11-01), Seiten 4345-4355, XP002479984, ISSN: 0021-8995, DOI: 10.1002/APP.1985.070301113 * Seite 4346 *	1-3,15	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (IPC)
			D01F
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort München		Abschlußdatum der Recherche 23. Februar 2016	Prüfer Lux, Rudolf
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 : mündliche Offenbarung P : Zwischenliteratur		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, 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 15 00 3343

5 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.

23-02-2016

10	Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
	US 2010190402	A1	29-07-2010	KEINE	

15	WO 2011026159	A1	10-03-2011	AT 508687 A1	15-03-2011
				CN 102482800 A	30-05-2012
				EP 2473657 A1	11-07-2012
				ES 2487494 T3	21-08-2014
				TW 201129744 A	01-09-2011
20				US 2012177919 A1	12-07-2012
				WO 2011026159 A1	10-03-2011

25					
30					
35					
40					
45					
50					
55					

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

- EP 1882760 A [0010]