

(12)

## Patentschrift

(21) Anmeldenummer: A 1471/2009  
(22) Anmeldetag: 17.09.2009  
(45) Veröffentlicht am: 15.02.2012

(51) Int. Cl. : **D01F 2/02** (2006.01)

(56) Entgegenhaltungen:  
WO 2004/009373A1 DE 746538A  
DE 623820A AT 401656B  
DE 19624170A1

(73) Patentinhaber:  
LENZING AG  
A-4860 LENZING (AT)

(54) **FLUORESZIERENDE FASER, DEREN VERWENDUNG SOWIE VERFAHREN ZU DEREN HERSTELLUNG**

(57) Die vorliegende Erfindung betrifft eine cellulosische Regeneratfaser, die ein eingesponnenes Farbpigment sowie einen durch Überfärben aufgetragenen fluoreszierenden Farbstoff enthält sowie deren Verwendung zur Herstellung von Garnen und Flächengebilden und ein Verfahren zur Herstellung dieser Fasern. Diese Faser genügt den Ansprüchen der EN 471 bezüglich Leuchtdichte, Farbraum und Reibechtheit und besitzt eine Lichtechtheit (ISO 105-B02, Verfahren 2) von mehr als 5.

## Beschreibung

### FLUORESZIERENDE FASER, DEREN VERWENDUNG SOWIE VERFAHREN ZU DEREN HERSTELLUNG

**[0001]** Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind fluoreszierend ausgerüstete cellulosische Regeneratfasern für Einsatzzwecke in Warnkleidung wie beispielsweise in Norm EN 471 beschrieben, deren Verwendung zur Herstellung von Garnen und Flächengebilden, sowie ein Verfahren zur Herstellung dieser Fasern.

#### STAND DER TECHNIK:

**[0002]** Die EN 471 beschäftigt sich ausschließlich mit der Warnwirkung von persönlicher Schutzausrüstung, insbesondere mit Warnkleidung. Warnkleidung besteht in der Regel aus einem fluoreszierenden Hintergrundmaterial und einem retroreflektierenden Material. Als fluoreszierendes Material wird für die Zwecke der vorliegenden Erfindung gemäß der Definition in der EN 471 ein Material bezeichnet, das Strahlung bei längerer Wellenlänge emittiert als absorbiert; im weiteren Text wird dafür auch der Begriff High-Vis-Material verwendet. Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf das fluoreszierende Hintergrundmaterial, nicht aber auf retroreflektierende Materialien.

**[0003]** Bisher werden High-Vis-Textilien lediglich auf Basis von Synthefasern und hier insbesondere Polyester gefertigt, die jedoch Nachteile hinsichtlich Tragekomfort und Sicherheit bieten. Die Nachteile solcher Textilien liegen insbesondere in einem unangenehmen Hautklima und in der Geruchsentwicklung nach längerem Tragen aufgrund unzureichender feuchtigkeitsregulierender Materialeigenschaften, sowie in der für Synthefasern typischen Gefahr elektrostatischer Aufladung. Eine Alternative stellen aufwendige textile Konstruktionen dar, deren Außenseite die High-Vis-Komponente enthält und deren Innenseite hauptsächlich aus cellulosischen Fasern besteht um den Tragekomfort zu verbessern, wie z.B. in WO 2006/017709 beschrieben. Als cellulosische Regeneratfasern sind heute vor allem Fasern nach dem Viskoseverfahren und Lyocellverfahren bekannt. Sie werden weltweit für Standardanwendungen im Textil- und Nonwovens-Bereich mit einem Einzelfasertiter zwischen 0,8 und 16 dtex hergestellt.

**[0004]** Cellulosische Regeneratfasern können zwar nach den herkömmlichen Bad-Verfahren mit fluoreszierenden Farbstoffen gefärbt werden. Aber die auf diese Weise gefärbten Fasern erreichen die Anforderungen an die Lichtechtheit (ISO 105-B02, Verfahren 2 >5) nicht. Nach der Xenonbestrahlung sind sie erheblich ausgebleicht und zeigen einen stark veränderten Farbton und eine stark verminderte Farbtiefe, was sich beispielsweise als Verschiebung der Koordinaten des Farbraums darstellen lässt.

**[0005]** Seit Jahrzehnten ist bekannt, Viskosefasern durch Einspinnen von Farbpigmenten dauerhaft zu färben. Entsprechende Fasern sind am Markt erhältlich. Bisher gibt es aber keine spinngefärbten Regeneratfasern, die den Anforderungen der EN 471 entsprechen.

#### Aufgabenstellung:

**[0006]** Gegenüber diesem Stand der Technik bestand die Aufgabe, eine Faser zur Verfügung zu stellen, die einerseits die Anforderungen an Schutz- und Warnkleidung, wie sie beispielsweise in EN 471 beschrieben sind, erfüllt und andererseits Tragekomfort und Sicherheitsaspekte dieser Kleidung bei vertretbarem wirtschaftlichen Aufwand erhöht. Es sollte daher möglich sein, die Schutz- und Warnkleidung aus einer solchen Faser ohne Beimischung weiterer Faserarten herzustellen. Besonders wichtig ist es dabei, dass die aus diesen Fasern hergestellten Textilien die folgenden Anforderungen für Hintergrundmaterialien gemäß EN 471 bestehen:

**[0007]** • Mindestleuchtdichtefaktor (Normwerte gemäß CIE Publikation Nr. 15.2) und Farbraum

**[0008]** • Farbe nach Xenonbestrahlung: die Belichtung der Probe erfolgt nach ISO 105-B02, Verfahren 3

**[0009]** • Reibechtheit trocken und nass (ISO 105-A02)

**[0010]** Zusätzlich wurde die Lichtechtheit der Fasern nach ISO 105-B02 Verfahren 2 bestimmt.

**[0011]** Weiters bestand die Aufgabe, ein geeignetes Herstellungsverfahren für diese Fasern zur Verfügung zu stellen.

**[0012]** Überraschenderweise konnte diese Aufgabe durch cellulosische Regeneratfasern, die ein eingesponnenes Farbpigment sowie einen durch Überfärben aufgetragenen fluoreszierenden Farbstoff enthalten, gelöst werden. Diese erfindungsgemäßen Fasern weisen neben dem verbesserten Tragekomfort und erhöhter Sicherheit aufgrund der cellulosischen Grundstruktur überraschenderweise eine Lichtechtheit - gemessen nach ISO 105-B02, Verfahren 2 - von mehr als 5 auf. Dies war mit bisher bekannten cellulosischen Fasern nicht erreichbar.

**[0013]** Die Fasern entsprechen auch den anderen in EN 471 geforderten Werten bezüglich Reibechtheit, Schweißechtheit, Waschechtheit, Trockenreinigungsechtheit, Hypochloritbleichechtheit und Bügelechtheit.

**[0014]** Die spinngefärbte cellulosische Regeneratfaser kann nach einem Viskoseverfahren, einem modifizierten Viskoseverfahren (z.B. Modalverfahren, zinkfreies Viskoseverfahren mit Al-Sulfat,...), aber auch nach einem Lösungsmittelverfahren, das mit organischen Lösungsmitteln wie geschmolzenen wässrigen Aminoxiden oder auch sogenannten ionischen Flüssigkeiten arbeitet, hergestellt werden. Die Fasern können dementsprechend als Viskose, Modal bzw. Lyocell bezeichnet werden.

**[0015]** Die cellulosische Regeneratfaser kann weitere Zusatzstoffe enthalten. In einer besonderen Ausführungsform ist die cellulosische Regeneratfaser zusätzlich flammgehemmt ausgerüstet.

**[0016]** Eine bevorzugte Ausführungsform der flammgehemmten Faser wird durch Inkorporation eines pigmentförmigen Flammenschutzmittels hergestellt. Als pigmentförmige Flammenschutzmittel kommen neben anderen Typen insbesondere Organophosphorverbindungen in Frage, für Viskose beispielsweise das gut geeignete und bekannte 2,2'-oxybis[5,5-dimethyl-1,3,2-dioxaphosphorin]2,2'-disulfid, erhältlich unter den Handelsnamen Exolit bzw. Sandoflam, hergestellt.

**[0017]** In einer weiteren, bevorzugten Ausführungsform ist die cellulosische Regeneratfaser auch antibakteriell ausgerüstet. Dabei können die dem Fachmann bekannten Substanzen eingesetzt werden.

**[0018]** Die anschließende High-Vis-Badfärbung kann mit für cellulosische Materialien geeigneten Farbstoffen (z.B. Reaktivfarbstoffe, Direktfarbstoffe, Küpenfarbstoffe, ...) durchgeführt werden.

**[0019]** Das Überfärben, d. h. die Badfärbung kann entweder an der Flocke der spinngefärbten Faser, einem Garn, das die spinngefärbte Faser enthält oder einer Textilen Fläche, die die spinngefärbte Faser enthält, erfolgen. Dabei können die dem Fachmann grundsätzlich bekannten kontinuierlichen und diskontinuierlichen Färbeverfahren angewendet werden.

**[0020]** Durch geeignete Auswahl des Pigments für die Spinnfärbung und des High-Vis-Farbstoffs für die Badfärbung können auch Farbtöne erzielt werden, für die es bisher keine Einzellösungen gibt.

**[0021]** Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist auch die Verwendung der erfindungsgemäßen Faser zur Herstellung eines Garnes. Um für den jeweiligen Anwendungszweck passende Eigenschaften aufzuweisen, kann ein solches erfindungsgemäßes Garn neben den erfindungsgemäßen Fasern auch noch Fasern anderer Herkunft enthalten, beispielsweise (flammgehemmten) Polyester, Modacryl, para- und meta-Aramide, Polyamidimid (Kermel®), (flammgehemmte) Wolle, Polybenzimidazol (PBI), Polyimid (P84®), Polyamide, (flammgehemmte) Polyamide, flammgehemmte Acrylfasern, Melaminfasern, Polyphenylensulfid (PPS), Polytetrafluorethylen (PTFE), Glasfasern, Baumwolle, Seide, Carbonfasern, oxidierte thermisch stabilisierte

Polyacrylnitrilfasern (PANOX®) und elektrisch leitfähige Fasern, sowie Mischungen dieser Fasern. In einer bevorzugten Ausführungsform können die Mischungspartner ebenfalls eine High-Vis-Ausrüstung aufweisen.

**[0022]** Ebenfalls Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist die Verwendung der erfindungsgemäßen Faser zur Herstellung eines textilen Flächengebildes. Neben den erfindungsgemäßen Fasern kann dieses Flächengebilde auch weitere Fasern enthalten, beispielsweise (flammgehemmten) Polyester, Modacryl, para- und meta-Aramide, Polyamidimid (Kermel®), (flammgehemmte) Wolle, Polybenzimidazol (PBI), Polyimid (P84®), Polyamide, (flammgehemmte) Polyamide, flammgehemmte Acrylfasern, Melaminfasern, Polyphenylsulfid (PPS), Polytetrafluorethylen (PTFE), Glasfasern, Baumwolle, Seide, Carbonfasern, oxidierte thermisch stabilisierte Polyacrylnitrilfasern (PANOX®) und elektrisch leitfähige Fasern, sowie Mischungen dieser Fasern. In einer bevorzugten Ausführungsform können die weiteren Fasern ebenfalls eine High-Vis-Ausrüstung aufweisen.

**[0023]** Das Flächengebilde ist bevorzugt ein Gewebe, Gewirke oder Gestrick, kann aber grundsätzlich auch ein Vlies sein. Im Falle eines Gewebes oder Gestrickes ist die Mischung der erfindungsgemäßen Fasern mit den weiteren Fasern entweder durch das Mischen vor der Garnherstellung, die sogenannte Intimmischung, oder durch gemeinsame Verwendung jeweils reiner Garne der verschiedenen Faserarten beim Weben, Wirken bzw. Stricken möglich.

**[0024]** In gleicher Weise ist Gegenstand der vorliegenden Erfindung auch die Verwendung der erfindungsgemäßen Fasern zur Herstellung eines Wambekleidungsstücks, wobei üblicherweise die oben genannten Garne bzw. textilen Flächengebilde als Zwischenstufen innerhalb der textilen Kette auftreten. Verschiedene Ausführungen solcher Kleidungsstücke sind dem Fachmann wohlbekannt und müssen daher hier nicht weiter beschrieben werden.

**[0025]** Ebenso ist Gegenstand der vorliegenden Erfindung ein Verfahren zur Herstellung der oben beschriebenen erfindungsgemäßen, fluoreszierenden, cellulosischen Regeneratfasern, in dem ein Farbpigment in die Fasern eingesponnen wird und diese Fasern in einem späteren Verfahrensschritt mit einem fluoreszierenden Farbstoff überfärbt werden.

**[0026]** Das Einspinnen erfolgt üblicherweise durch Zugabe der Farbpigmente zur Spinnlösung. Solche Zugabeverfahren sind dem Fachmann grundsätzlich sowohl für das Viskose- als auch für Modal- und Lösungsmittelspinnverfahren bekannt. Allerdings werden spinngefärbte cellulosische Fasern üblicherweise nicht später in einem weiteren Schritt mit einem weiteren Farbstoff überfärbt, da das Spinnfärben allgemein als ein sehr effektives Verfahren gilt, mit dem hohe Echtheiten, sowohl Reib- als auch Licht-, Wasch- und Schweißechtheit erzielt werden können. Die vorliegende Erfindung, die in der Kombination mit einem späteren Überfärbeschritt liegt, erfüllt jedoch die speziellen Anforderungen an Fasern aus Cellulose für Warnbekleidung.

**[0027]** Das Überfärben, d. h. die Badfärbung kann entweder an der Flocke der spinngefärbten Faser oder an einem Garn oder einer textilen Fläche, die die spinngefärbte Faser enthält, erfolgen. Dabei können die dem Fachmann ebenfalls grundsätzlich bekannten kontinuierlichen und diskontinuierlichen Färbeverfahren angewendet werden.

**[0028]** Die Erfindung soll nun anhand von Beispielen erläutert werden. Diese sind als mögliche Ausführungsformen der Erfindung zu verstehen. Keineswegs ist die Erfindung auf den Umfang dieser Beispiele eingeschränkt.

Beispiel 1:

**[0029]** Eine spinngefärbte flammgehemmte Viskosefaser enthält 1,25 Gew.-% Pigment Gelb 3 (z.B. Aquarine Yellow 10 G) und 22 Gew.-% 2,2'-oxybis[5,5-dimethyl-1,3,2-dioxaphosphorin]2,2'-disulfid (Exolit 5060, Fa. Clariant) jeweils bezogen auf Cellulose. Diese Faser wird anschließend mit Remazol Leuchtgelb FL (Fa. DyStar) gemäß folgender Rezeptur überfärbt:

**[0030]** Die Flocke wird in ein Färbebad, enthaltend 2 % Remazol Leuchtgelb FL (Fa. DyStar) und 100 g/l Natriumsulfat bei einem Flottenverhältnis: 1:10 und einer Anfangstemperatur von 25°C gegeben und mit einer Heizrate von 1 °C/ min auf 50°C aufgeheizt. Nach 10 min bei die-

ser Temperatur wird 5 g/l Soda zugegeben und nach weiteren 30 min 1,2 ml/l NaOH (50%ig). Nach weiteren 40 min lässt man das Färbebad abkühlen und schließt eine Nachbehandlung mit der für den Fachmann bekannten Folge Spülen - Seifen - Spülen -Seifen an.

**[0031]** Die Faser wurde anschließend getrocknet und ein Gewebe daraus hergestellt. Dieses zeigte die in Tabelle 1 enthaltenen Prüfergebnisse. Diese Ergebnisse zeigen, dass die erfindungsgemäß hergestellten Fasern, Garne und Textilien hervorragend für die Verwendung in Warnkleidung geeignet sind und nicht ausbleichen.

**[0032]** Tabelle 1: Prüfergebnisse (für Beispiel 1)

		Ausgang	Nach Belichtung (ISO 105-B02, Verfahren 3)
Leuchtdichte		0,7304	0,7282
Farbraum	X-Koordinate	0,3830	0,3852
	Y-Koordinate	0,4917	0,4915
Reibechtheit (nass und trocken)		4	
Lichtechtheit (ISO 105-B02 Verfahren 2)		5-6	

Beispiel 2 (Vergleichsbeispiel):

**[0033]** Eine handelsübliche, ebenfalls mit Exolit 5060 flammgehemmte Viskosefaser (Lenzing FR), die kein eingesponnenes Farbpigment enthielt, wurde nach der gleichen Methode wie in Beispiel 1 beschrieben, überfärbt. Dabei wurden jedoch 6% Remazol Leuchtgelb FL (Fa. DyStar) anstatt 2% wie in Beispiel 1 verwendet. Die Faser zeigte die in Tabelle 2 enthaltenen Prüfergebnisse.

**[0034]** Tabelle 2: Prüfergebnisse (für Beispiel 2)

		Ausgang	Nach Belichtung (ISO 105-B02, Verfahren 3)
Leuchtdichte		0,7666	0,7011
Farbraum	X-Koordinate	0,3711	0,3920
	Y-Koordinate	0,5184	0,5067
Reibechtheit (nass und trocken)		4	
Lichtechtheit (ISO 105-B02 Verfahren 2)		3-4	

**[0035]** Farbton und Farbtiefe veränderten sich durch die Belichtung bei der Faser nach dem Stand der Technik in Beispiel 2 deutlich stärker als bei der erfindungsgemäßen Faser aus Beispiel 1, was sich auch an der stärkeren Verschiebung der Koordinaten des Farbraums klar erkennen lässt. Auch die Leuchtdichte verschlechtert sich bei der nicht erfindungsgemäßen Faser durch die Belichtung erheblich stärker als bei der erfindungsgemäßen Faser. Besonders gravierend ist jedoch die erheblich schlechtere Lichtechtheit der Faser in Beispiel 2 gegenüber der erfindungsgemäßen Faser aus Beispiel 1.

### Patentansprüche

1. Cellulosische Regeneratfaser, die ein eingesponnenes Farbpigment sowie einen durch Überfärben aufgetragenen fluoreszierenden Farbstoff enthält und die eine Lichtechtheit, gemessen nach ISO 105-B02, Verfahren 2, von mehr als 5 aufweist.
2. Cellulosische Regeneratfaser gemäß Anspruch 1, die nach einem Viskose-, Modal- oder Lyocellverfahren hergestellt wird.
3. Cellulosische Regeneratfaser gemäß Anspruch 1, die zusätzlich flammgehemmt ausgerüstet ist.
4. Cellulosische Regeneratfaser gemäß Anspruch 3, wobei die flammhemmende Ausrüstung eine eingesponnene Organophosphorverbindung (bevorzugt 2,2'-oxybis[5,5-dimethyl-1,3,2-dioxaphosphorin]2,2'-disulfid) ist.
5. Cellulosische Regeneratfaser gemäß Anspruch 1, die zusätzlich antibakteriell ausgerüstet ist.
6. Verwendung der Fasern gemäß den Ansprüchen 1 bis 5 zur Herstellung eines Garnes.
7. Verwendung der Fasern gemäß den Ansprüchen 1 bis 5 zur Herstellung eines textilen Flächengebildes.
8. Verwendung der Fasern gemäß den Ansprüchen 1 bis 5 zur Herstellung eines Warnbekleidungsstücks.
9. Verfahren zur Herstellung fluoreszierender cellulosischer Regeneratfasern gemäß den Ansprüchen 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass ein Farbpigment in die Fasern eingesponnen wird und diese Fasern in einem späteren Verfahrensschritt mit einem fluoreszierenden Farbstoff überfärbt werden.
10. Verfahren gemäß Anspruch 9, wobei das Überfärben durch einen kontinuierlichen oder diskontinuierlichen Verfahrensschritt erfolgt.
11. Verfahren gemäß Anspruch 9 oder 10, wobei das Überfärben an einem aus der cellulosischen Regeneratfaser hergestellten Garn oder textilen Flächengebilde erfolgt.

**Hierzu keine Zeichnungen**