

(12) **Österreichische Patentanmeldung**

(21) Anmeldenummer: A 251/2010
(22) Anmeldetag: 18.02.2010
(43) Veröffentlicht am: 15.09.2011

(51) Int. Cl. : **D01F 1/02** (2006.01)

(73) Patentanmelder:
HELFENBERGER IMMOBILIEN LLC & CO
TEXTILFORSCHUNGS- UND ENT-
WICKLUNGS KG
A-4184 HELFENBERG (AT)

(72) Erfinder:
GLASER JOSEF ING.
HELFENBERG (AT)

(54) **MISCHUNG UND VERFAHREN ZUM HERSTELLEN EINER FASER**

(57) Eine Mischung zum Herstellen einer Faser oder eines Formteils, die zumindest eine Polymerlösung, insbesondere eine Celluloselösung, und ein Adsorptionsmittel enthält, weist ein entfernbares Reservierungsmittel für das Adsorptionsmittel auf. Auch die Polymerlösung kann als Reservierungsmittel verwendet werden. Zum Herstellen einer Faser oder eines Formteils wird ein Adsorptionsmittel mit einer Polymerlösung, insbesondere einer Celluloselösung, vermischt, wobei das Adsorptionsmittel davor oder während dessen mit einem entfernbaren Reservierungsmittel reserviert wird und wobei das Reservierungsmittel nach dem Spinnen der Faser bzw. dem Formen des Formteils entfernt wird.

Zusammenfassung

- Eine Mischung zum Herstellen einer Faser oder eines Formteils, die zumindest eine Polymerlösung, insbesondere eine Celluloselösung, und ein Adsorptionsmittel enthält, weist ein
- 5 entfernbares Reservierungsmittel für das Adsorptionsmittel auf. Auch die Polymerlösung kann als Reservierungsmittel verwendet werden. Zum Herstellen einer Faser oder eines Formteils wird ein Adsorptionsmittel mit einer Polymerlösung, insbesondere einer Celluloselösung, vermischt, wobei das Adsorptionsmittel davor oder während dessen mit einem
- 10 entfernbareren Reservierungsmittel reserviert wird und wobei das Reservierungsmittel nach dem Spinnen der Faser bzw. dem Formen des Formteils entfernt wird.

Die Erfindung betrifft eine Mischung zum Herstellen einer Faser oder eines Formteils, die zumindest eine Polymerlösung, insbesondere eine Celluloselösung, und ein Adsorptionsmittel enthält.

- 5 Des Weiteren betrifft die Erfindung die Verwendung einer solchen Mischung zum Herstellen einer Faser oder eines Formteils.

Darüber hinaus betrifft die Erfindung ein Verfahren zum Herstellen einer Faser, bei dem ein Adsorptionsmittel mit einer Polymerlösung, insbesondere eine Celluloselösung, vermischt
10 wird.

Adsorptionsmittel sind in der Regel poröse Materialien, die auf Grund ihrer großen Oberfläche Moleküle durch physikalische Kräfte an sich binden. Ein bekanntes Adsorptionsmittel ist beispielsweise Aktivkohle, welches eine hochporöse Struktur aufweist.

15 Es ist bekannt, textile Flächengebilde aus Fasern, bei denen zumindest die Oberflächenschicht Aktivkohle aufweist, auf Grund der Adsorptionseigenschaft der Aktivkohle als Schutztextilien zu verwenden. Die Qualität der Faser hängt dabei maßgeblich davon ab, wie viel der porösen Struktur der Aktivkohle genutzt werden kann. Je höher die freie Oberfläche
20 der Aktivkohle an der Faseroberfläche ist, desto besser sind die Adsorptionseigenschaften der Faser insgesamt. Nachteilig bei der Herstellung solcher Fasern aus einer Spinnlösung ist jedoch, dass ein wesentlicher Teil der Oberfläche der Aktivkohle beim Spinnen der Faser "verstopft" wird, so dass nur ein relativ geringer Teil der porösen Struktur der Aktivkohle in der fertigen Faser genutzt werden kann.

25 Der Erfindung liegt die Aufgabe zu Grunde, eine Mischung, eine Verwendung sowie ein Verfahren der eingangs genannten Gattung zur Verfügung zu stellen, mit welchen die Adsorptionseigenschaften von Fasern oder Formteilen verbessert werden.

30 Gelöst wird diese Aufgabe erfindungsgemäß mit einer Mischung, welche die Merkmale des Anspruches 1 aufweist.

Des Weiteren wird diese Aufgabe erfindungsgemäß mit einer Verwendung gelöst, welche die Merkmale des Anspruches 8 aufweist.

35 Darüber hinaus wird diese Aufgabe erfindungsgemäß mit einem Verfahren gelöst, welches die Merkmale des Anspruches 9 bzw. 10 aufweist.

Bevorzugte und vorteilhafte Ausführungsformen der Erfindung sind Gegenstand der Unter-
40 ansprüche.

Erfindungsgemäß ist vorgesehen, dass die Mischung zum Herstellen einer Faser oder eines Formteils ein entfernbares Reservierungsmittel für das Adsorptionsmittel aufweist. Weiters ist erfindungsgemäß vorgesehen, dass das Adsorptionsmittel mit einem entfernba-
5 Reservierungsmittel reserviert wird und dass das Reservierungsmittel nach dem Spinnen der Faser bzw. dem Formen des Formteils entfernt wird. Die Oberfläche des Adsorptionsmittels an Oberfläche der fertigen Faser wird somit wieder freigegeben, womit die poröse Struktur des Adsorptionsmittels fast vollständig genutzt werden kann. Laborversuche haben ergeben, dass die nutzbare Oberfläche der Aktivkohle bei einer herkömmlichen Faser bei
15 $15,17 \text{ m}^2/\text{g}$ liegt, wogegen erfindungsgemäß die nutzbare Oberfläche der Aktivkohle bei
20 $164,40 \text{ m}^2/\text{g}$, d.h. bei mehr als dem 10 fachen, liegt.

Unter Oberfläche der Aktivkohle kann im Rahmen der Erfindung nicht nur die nach außen weisende Fläche des Adsorptionsmittels verstanden werden sondern ebenfalls die innere
15 Oberfläche der porösen Struktur.

Unter Reservierungsmittel werden Mittel verstanden, welche die Oberfläche bzw. die poröse Struktur von vorübergehend "verstopfen" und welche sich aus dem Adsorptionsmittel wieder
20 entfernen lassen, die Zusammensetzung des Adsorptionsmittels nicht negativ beeinflussen und die Adsorptionseigenschaften des Adsorptionsmittels nicht sättigen. Unter "reserviertes bzw. unreserviertes Adsorptionsmittel" wird der Zustand des Adsorptionsmittels verstanden,
25 in welchen das Adsorptionsmittel durch ein Reservierungsmittel vorübergehend "verstopft" ist bzw. nicht durch ein Reservierungsmittel "verstopft" ist. Als Reservierungsmittel kann beispielsweise flüssiges Paraffin verwendet werden. Es können aber auch andere Stoffe aus der Gruppe der Alkohole bzw. ganz allgemein Stoffe verwendet werden, welche die
30 Zusammensetzung der Spinnlösung nicht negativ beeinflussen bzw. die Spinnlösung in Ihrer Eigenschaft nicht negativ verändern.

Vorzugsweise kann das Reservierungsmittel nach dem Spinnen der Faser bzw. dem Formen des Formteils thermisch gelöst oder durch ein Lösungsmittel gelöst werden. Als
35 Lösungsmittel können beispielsweise ionische Flüssigkeiten, N-Methylmorpholine oder N-oxide verwendet werden.

Im Rahmen der Erfindung kann als Adsorptionsmittel Aktivkohle, Diamant, Gold, Silber, Keramik, Ruß, Gesteinsmehle und/oder Mischungen aus zwei oder mehreren dieser
40 Bestandteile verwendet werden.

Eine erste Ausführungsform der Erfindung wird am Beispiel der Herstellung einer Faser wie folgt dargestellt:

40 Das Reservierungsmittel wird mit dem Adsorptionsmittel, beispielsweise Aktivkohle, ver-

mischt bevor das Adsorptionsmittel mit der Polymerlösung, insbesondere eine Celluloselösung, vermischt. Als Reservierungsmittel können gasförmige, feste oder flüssige Mittel verwendet werden, beispielsweise Stickstoff oder Paraffin, welche sich aus dem Adsorptionsmittel wieder entfernen lassen, die Zusammensetzung des Adsorptionsmittels nicht negativ beeinflussen und die Adsorptionseigenschaften des Adsorptionsmittels nicht sättigen. Nach dem Vermischen des reservierten Adsorptionsmittels mit der Polymerlösung und gegebenenfalls mit Additiven, wie zum Beispiel organische un/oder anorganische Gleitmittel, kann die Faser aus der Mischung mit bereits bekannten Verfahren hergestellt werden. Das Reservierungsmittel wird dann vom Adsorptionsmittel an der Oberfläche der fertigen Faser entfernt, beispielsweise durch ein Lösungsmittel gelöst und anschließend ausgewaschen.

Eine zweite Ausführungsform der Erfindung wird ebenfalls am Beispiel der Herstellung einer Faser beispielhaft wie folgt dargestellt:

Das unreservierte Adsorptionsmittel, beispielsweise Aktivkohle, wird direkt mit der Polymerlösung, insbesondere eine Celluloselösung, vermischt, wobei ein Teil der Polymerlösung als Reservierungsmittel verwendet wird und dieser Teil der Polymerlösung nach dem Spinnen der Faser bzw. dem Formen des Formteils durch ein niedermolekulares Lösungsmittel gelöst wird. Nach dem Vermischen des Adsorptionsmittels mit der Polymerlösung als Reservierungsmittel und gegebenenfalls mit Additiven, wie zum Beispiel organische un/oder anorganische Gleitmittel, kann die Faser aus der Mischung mit bereits bekannten Verfahren hergestellt werden. In dieser Ausführungsform ist weiters vorgesehen, dass der als Reservierungsmittel verwendete Teil der Polymerlösung nach dem Spinnen der Faser bzw. dem Formen des Formteils acetyliert wird und dass das acetylierte Polymer, insbesondere die acetylierte Cellulose, und das Lösungsmittel von der Faser (analog wie beim Formteil) ausgewaschen wird. Vorzugsweise wird als Lösungsmittel Toluol bzw. eine Mischung beinhaltend Toluol verwendet.

Die Acetylierung des Polymers kann am Beispiel von Cellulose als Polymer beispielsweise wie folgt erzielt werden:

Die Oberfläche der Faser oder eines Formteils, welche bis auf die Reservierung des Adsorptionsmittels mit einem sonst bekannten Verfahren hergestellt sein können, wird mit 100 ml Toluol absolut, 50 ml Essigsäureanhydrid und 0,1 ml H_2SO_4 behandelt. Durch die Acetylierung wird der in der porösen Struktur des Adsorptionsmittels befindliche Teil der Cellulose in eine lösliche Form gebracht. Die acetylierte, lösliche Cellulose wird anschließend nach folgendem Verfahren ausgewaschen:

- Zugabe von 150 ml Dichlormethan + 15 ml Methanol
- 4 Stunden Rühren (kalt)

- Zugabe von 150 ml Dichlormethan + 15 ml Methanol
- 24 Stunden Rühren (kalt)
- Zugabe von 150 ml Dichlormethan + 15 ml Methanol
- 24 Stunden Rühren (kalt)

5

Die nutzbare Oberfläche der in diesem Laborversuch verwendeten Aktivkohle als Adsorptionsmittel hat sich gegenüber einem Adsorptionsmittel ohne Reservierung mehr als zehnfacht.

- 10 Im Rahmen der Erfindung können bekannte Verfahren zum Herstellen von Fasern angewandt werden, indem die Mischung wie oben beschrieben hergestellt und diese Mischung dann versponnen wird oder ein Hauptstrom aus im Wesentlichen reiner Polymerlösung und ein getrennter Teilstrom aus Polymerlösung und Mischung hergestellt wird und diese beiden vorerst getrennten Ströme dann gemeinsam versponnen werden.

15

Weiters kann die erfindungsgemäße Mischung bei an sich bekannten Spinnverfahren und Verfahren zur Garnherstellung und Umspinnungsverfahren verwendet werden, wie z.B. bei DREF-Verfahren oder CORE-Verfahren. Mit der erfindungsgemäßen Mischung bzw. deren Verwendung ist es möglich, Garne mit gezielten Kern(Seele)/Mantelstrukturen zu erstellen.

- 20 Hierbei wird der Kern/die Seele (z.B. Aramide oder aromatische Polyamide), der/die je nach gewünschter Eigenschaft gewählt werden kann, mit der erfindungsgemäßen Faser umspinnen. Somit können vorteilhafterweise die Eigenschaften von Kern/Seele und Faser, wie z.B. Adsorptionsfähigkeit, Zugfestigkeit und Hitzebeständigkeit, miteinander kombiniert werden. Auch kann die erfindungsgemäße Mischung im Meltblow-Verfahren, beispielsweise
- 25 zum Herstellen von Faservliesen, und/oder Elektro-Spinning-Verfahren verwendet werden.

Die Erfindung ist bei an sich bekannten Lyocellverfahren (N-Methylmorpholine, N-oxide, NMMNO) zur Herstellung einer Faser sowie bei Nassspinnverfahren anwendbar.

- 30 Die erfindungsgemäßen Fasern bzw. Formteile können unter anderem in Form von textilen Flächengebilden, wie z.B. Gestricke, Vliese, Faservliese oder dergleichen, für deren beispielsweise Verwendung als Schutzbekleidung oder Sportbekleidung bzw. in Form von Folien weiterverarbeitet werden.

- 35 Zusammenfassend kann ein Ausführungsbeispiel der Erfindung wie folgt dargestellt werden:

Eine Mischung zum Herstellen einer Faser oder eines Formteils, die zumindest eine Polymerlösung, insbesondere eine Celluloselösung, und ein Adsorptionsmittel enthält, weist ein entfernbares Reservierungsmittel für das Adsorptionsmittel auf. Auch die Polymerlösung

40 kann als Reservierungsmittel verwendet werden. Zum Herstellen einer Faser oder eines

001733

- 5 -

Formteils wird ein Adsorptionsmittel mit einer Polymerlösung, insbesondere einer Celluloselösung, vermischt, wobei das Adsorptionsmittel davor oder während dessen mit einem entfernbaren Reservierungsmittel reserviert wird und wobei das Reservierungsmittel nach dem Spinnen der Faser bzw. dem Formen des Formteils entfernt wird.

Patentansprüche

1. Mischung zum Herstellen einer Faser oder eines Formteils, die zumindest eine Polymerlösung, insbesondere eine Celluloselösung, und ein Adsorptionsmittel enthält, gekennzeichnet durch ein entfernbares Reservierungsmittel für das Adsorptionsmittel.
5
2. Mischung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Reservierungsmittel gasförmig ist.
- 10 3. Mischung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Reservierungsmittel fest ist.
4. Mischung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass das Reservierungsmittel Paraffin ist.
15
5. Mischung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Reservierungsmittel flüssig ist.
6. Mischung nach Anspruch 1 oder 5, dadurch gekennzeichnet, dass das Reservierungsmittel löslich, insbesondere thermisch löslich oder in einem Lösungsmittel löslich, ist.
20
7. Mischung nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass das Adsorptionsmittel aus der Gruppe bestehend aus Aktivkohle, Diamant, Gold, Silber, Keramik, Ruß, Gesteinsmehlen und/oder Mischungen aus zwei oder mehreren dieser Bestandteile auswählbar ist.
25
8. Mischung nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass sie ein organisches und/oder anorganisches Gleitmittel enthält.
- 30 9. Verwendung einer Mischung nach einem der Ansprüche 1 oder 4 bis 8 zum Herstellen einer Faser oder eines Formteils, wobei die Polymerlösung, insbesondere die Celluloselösung, das entfernbare Reservierungsmittel für das Adsorptionsmittel ist.
10. Verfahren zum Herstellen einer Faser oder eines Formteils, bei dem ein Adsorptionsmittel mit einer Polymerlösung, insbesondere einer Celluloselösung, vermischt wird, dadurch gekennzeichnet, dass das Adsorptionsmittel mit einem entfernbaaren Reservierungsmittel reserviert wird und dass das Reservierungsmittel nach dem Spinnen der Faser bzw. dem Formen des Formteils entfernt wird.
35
- 40 11. Verfahren nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, dass das Reservierungsmittel

nach dem Spinnen der Faser bzw. dem Formen des Formteils thermisch gelöst oder durch ein Lösungsmittel gelöst wird.

- 5 12. Verfahren nach Anspruch 10 oder 11, dadurch gekennzeichnet, dass das Reservierungsmittel mit dem Adsorptionsmittel vermischt wird bevor das Adsorptionsmittel mit der Polymerlösung vermischt wird.
- 10 13. Verfahren nach Anspruch 10 oder 11, dadurch gekennzeichnet, dass das unreservierte Adsorptionsmittel mit der Polymerlösung vermischt wird
14. Verfahren nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, dass das ein Teil der Polymerlösung als Reservierungsmittel verwendet wird und dass dieser Teil der Polymerlösung nach dem Spinnen der Faser bzw. dem Formen des Formteils durch ein niedermolekulares Lösungsmittel gelöst wird.
- 15 15. Verfahren nach Anspruch 13 oder 14, dadurch gekennzeichnet, dass der als Reservierungsmittel verwendete Teil der Polymerlösung nach dem Spinnen der Faser bzw. dem Formen des Formteils acetyliert wird.
- 20 16. Verfahren nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, dass das acetylierte Polymer und das Lösungsmittel von der Faser bzw. vom Formteil ausgewaschen wird.
17. Verfahren nach einem der Ansprüche 14 bis 16, dadurch gekennzeichnet, dass als Lösungsmittel Toluol bzw. eine Mischung beinhaltend Toluol verwendet wird.
- 25 18. Verfahren nach einem der Ansprüche 10 bis 17, dadurch gekennzeichnet, dass als Adsorptionsmittel Aktivkohle, Diamant, Gold, Silber, Keramik, Ruß, Gesteinsmehle und/oder Mischungen aus zwei oder mehreren dieser Bestandteile verwendet werden.

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Verbesserung der Adsorptionseigenschaften von Fasern oder Formteilen, bei dem ein Adsorptionsmittel, insbesondere Aktivkohle oder Ruß, mit einer Celluloselösung
5 vermischt wird, dadurch gekennzeichnet, dass Oberfläche bzw. poröse Struktur des Adsorptionsmittels vor dem Spinnen der Faser bzw. dem Formen des Formteils mit einem entfernbaren Reservierungsmittel vorübergehend verstopft wird und dass das Reservierungsmittel nach dem Spinnen der Faser bzw. dem Formen des Formteils entfernt wird, so dass Oberfläche bzw. poröse Struktur des Adsorptionsmittels wieder frei gegeben wird.
10
2. Verfahren nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, dass das Reservierungsmittel nach dem Spinnen der Faser bzw. dem Formen des Formteils durch ein Lösungsmittel gelöst wird.
- 15 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass das Reservierungsmittel mit dem Adsorptionsmittel vermischt wird bevor das Adsorptionsmittel mit der Celluloselösung vermischt wird.
4. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass das unreservierte
20 Adsorptionsmittel mit der Polymerlösung vermischt wird
5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass ein Teil der Celluloselösung als Reservierungsmittel verwendet wird und dass der als Reservierungsmittel verwendete Teil der Celluloselösung nach dem Spinnen der Faser bzw. dem Formen des Formteils
25 acetyliert wird.
6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Cellulose durch Zugabe von Toluol und Essigsäureanhydrid acetyliert wird.
- 30 7. Verfahren nach Anspruch 5 oder 6, dadurch gekennzeichnet, dass die acetylierte Cellulose und das Lösungsmittel von der Faser bzw. vom Formteil ausgewaschen wird.
8. Mischung zur Verbesserung der Adsorptionseigenschaften von Fasern oder Formteilen, die zumindest eine Celluloselösung und ein Adsorptionsmittel, insbesondere Aktivkohle oder
35 Ruß, enthält, gekennzeichnet durch ein entfernbare Reservierungsmittel für das Adsorptionsmittel.
9. Mischung nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass das Reservierungsmittel gasförmiger Stickstoff ist.

00176

10. Mischung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Reservierungsmittel festes oder flüssiges Paraffin ist.
11. Mischung nach Anspruch 8 oder 9, dadurch gekennzeichnet, dass das Reservierungsmittel in einem Lösungsmittel löslich ist.
12. Mischung nach einem der Ansprüche 8 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass sie ein organisches und/oder anorganisches Gleitmittel enthält.