

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) Veröffentlichungsnummer: **0 608 744 A1**

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: **94100584.5**

(51) Int. Cl.⁵: **D01F 2/30**

(22) Anmeldetag: **17.01.94**

(30) Priorität: **26.01.93 DE 4302055**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
03.08.94 Patentblatt 94/31

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE DE ES FR GB IT NL

(71) Anmelder: **RHONE-POULENC RHODIA
AKTIENGESELLSCHAFT
Engesserstrasse 8
D-79108 Freiburg(DE)**

(72) Erfinder: **Karstens, Ties, Dipl.-Chem. Dr.
Schwimmbadstrasse 23
D-79268 Bötzingen(DE)**
Erfinder: **Koppe, Wolfgang, Dipl.-Ing.
Christaweg 28
D-79114 Freiburg(DE)**
Erfinder: **Schätzle, Joachim, Dipl.-Chem. Dr.
Oberer Zirkel 63
D-79341 Kenzingen(DE)**
Erfinder: **Maurer, Günter, Dipl.-Ing.
Burgunder Strasse 8
D-79395 Neuenburg(DE)**

(74) Vertreter: **Hagemann, Heinrich, Dr.
Dipl.-Chem., Dr. rer. nat. et al
Patentanwälte
Hagemann & Kehl
Postfach 860329
D-81630 München (DE)**

(54) **Celluloseacetat-Filamente, eine optisch isotrope Spinnlösung hierfür sowie deren Verwendung zur Herstellung der Filamente.**

(57) Beschrieben werden Filamente auf der Basis eines in Aceton löslichen Celluloseacetats, wobei der Polymerisationsgrad (DP) des Celluloseacetats zwischen etwa 110 und 210 und der Substitutionsgrad (DS) vorzugsweise zwischen etwa 2,2 und 2,7 liegt. Es lassen sich optisch isotrope Spinnlösungen gewinnen, deren Konzentration an Celluloseacetat etwa 35 bis 47 Masse-% beträgt. Wird eine derartige optisch isotrope Spinnlösung versponnen, insbesondere nach dem Trockenspinnverfahren, dann werden in wirtschaftlicher Weise Filamente gewonnen, da die mit der Rückgewinnung des Acetons verbundenen Kosten merklich gesenkt werden können, ohne daß die wünschenswerten Eigenschaften der Filamente, die sich insbesondere zur Herstellung von Zigarettenfiltertow eignen, beeinträchtigt werden.

EP 0 608 744 A1

Die Erfindung betrifft Filamente auf der Basis eines in Aceton löslichen Celluloseacetats, eine optisch isotrope Spinnlösung zur Herstellung von Filamenten, die ein in Aceton gelöstes Celluloseacetat und gegebenenfalls weitere Additive enthält, sowie die Verwendung dieser Spinnlösung zur Herstellung der bezeichneten Filamente.

Die DE-OS 27 05 382 beschreibt eine umfangreiche Gruppe von Cellulosederivaten, u.a. auch Celluloseacetate. Diese sollen in eine anisotrope Spinnlösung überführt werden, um anhand üblicher Spinnverfahren Filamente herzustellen. Nach Tabelle I soll der Substitutionsgrad (DS) des Celluloseacetats zwischen 1,89 bis 2,45 liegen. Als geeignete Lösungsmittel werden hierfür überwiegend halogenierte und phenolische Verbindungen angegeben. Im Zusammenhang mit den in der DE-OS 27 05 382 angegebenen weiteren Cellulosederivaten wird in einer großen Zahl von Lösungsmitteln auch Aceton aufgelistet. Die Cellulosederivate sollen in der Spinnlösung in einer Menge von mindestens 15 Vol.% vorliegen, um die Forderung nach optischer Anisotropie zu erfüllen. In der DE-OS 27 05 382 ist jedoch die Kombination "Celluloseacetat gelöst in Aceton" nicht erwähnt. Und im übrigen würde eine 15 vol.%ige acetonische Lösung des in der DE-OS 27 05 382 beschriebenen Celluloseacetats auch nicht optisch anisotrop, sondern optisch isotrop sein.

Ferner ist ein Celluloseacetat eines Substitutionsgrad (DS) von 1,89 in Aceton nicht löslich. Dies ergibt sich aus Houben-Weyl "Methoden der organischen Chemie", Bd.E 20, Teil 3, "Makromolekulare Stoffe", Georg Thieme Verlag Stuttgart, New York, 1987, S. 2099. Nach der DE-OS 27 05 382 sollen Cellulosederivate mit einem mittleren Polymerisationsgrad (DP) von mindestens 100 Anhydroglucose-Einheiten ein hinreichend hohes Molekulargewicht aufweisen, um zur Herstellung von Filamenten geeignet zu sein. Präzise Aussagen zu dem Polymerisationsgrad des Celluloseacetats des Substitutionsgrades zwischen 1,89 bis 2,45 finden sich in der DE-OS 27 05 382 nicht. Hierauf geht Ullmann's Enzyklopedia of Industrial Chemistry, 5., vollständig überarbeitete Auflage., Vol. A5, S. 447/448 im Zusammenhang mit dem Verspinnen von in Aceton gelöstem "secondary acetate" ein. Hierunter soll das "Cellulose-2,5-Acetat" verstanden werden. Die Zahl "2,5" bedeutet die durchschnittliche Anzahl der Acetylgruppen pro Anhydroglucose-Einheit. Für die Herstellung von Fasern und Zigarettenfiltertow wird für das Cellulose-2,5-Acetat ein Polymerisationsgrad (DP) von 300 gefordert (vgl. Seite 447, Tabelle 15). Dieses soll aus einer acetonischen Lösung versponnen werden können, deren Viskosität bei einer Konzentration an Cellulose-2,5-Acetat von 20 bis 30% sowie bei einer Temperatur von 45 bis 55°C zwischen 300 und 500 Pa.s (gemeint ist wohl:zwischen 30 und 50 Pa.s...) liegt. Hiermit erhaltene Filamente haben die folgenden physikalischen Eigenschaften: Zugfestigkeit (cN/dtex) 1,0 bis 1,5, Dehnung (%) 25 bis 30, Dichte (g/cm³) 1,33, Schmelzpunkt (°C) 225 bis 250 und, wie bereits angegeben, einen Polymerisationsgrad von 300.

Eine zusammenschauende Betrachtung des Standes der Technik zeigt, daß im Zusammenhang mit Aceton als Lösungsmittel einer Spinnlösung von Cellulose-2,5-Acetat ein hoher Polymerisationsgrad von 300 mit der Folge verlangt wird, daß die Spinnlösung nur eine niedrige Konzentration von etwa 20 bis 30% an Cellulose-2,5-Acetat aufweist. Bei einem Ausgangsmaterial dieses Polymerisationsgrades kann seine Konzentration in Aceton zur Herstellung einer Spinnlösung nicht weiter angehoben werden, weil damit zwangsläufig ein so starker Anstieg der Viskosität der Spinnlösung verbunden ist, daß diese mit üblichen Spinnvorrichtungen nicht mehr versponnen werden kann (beispielsweise bei 40 bis 50%). Eine merklich angehobene Konzentration würde den Vorteil bieten, daß der Gehalt an Aceton in der Spinnlösung drastisch reduziert werden könnte mit der Folge einer erheblichen Energieeinsparung beim Umlauf und der Rückgewinnung des Acetons.

Der Erfindung liegt somit die Aufgabe zugrunde, Filamente auf der Basis eines in Aceton löslichen Celluloseacetats sowie eine für deren Herstellung besonders geeignete Spinnlösung vorzuschlagen, die die oben geschilderten Nachteile des Standes der Technik, insbesondere die mangelhafte Wirtschaftlichkeit, beheben, ohne daß die Eigenschaften der Filamente, insbesondere die Zugfestigkeit sowie die Dehnung, im Vergleich zu bekannten Erzeugnissen beeinträchtigt werden.

Die obige Aufgabe wird durch Filamente auf der Basis eines in Aceton löslichen Celluloseacetats gelöst, das dadurch gekennzeichnet ist, daß der Polymerisationsgrad (DP) des Celluloseacetats zwischen etwa 110 und 210 liegt. Besonders bevorzugt wird der Bereich des Polymerisationsgrades zwischen etwa 150 und 180 und insbesondere zwischen etwa 160 und 180.

Damit das erwähnte Celluloseacetat in Aceton löslich ist, wird sein Substitutionsgrad (DS) vorzugsweise zwischen etwa 2,2 und 2,7 eingestellt. Besonders bevorzugt ist es, wenn der Substitutionsgrad (DS) zwischen etwa 2,4 und 2,6 und ganz besonders bevorzugt zwischen etwa 2,4 und 2,5 liegt.

Wenn nachfolgend von einem "Cellulose-2,5-Acetat" gesprochen wird, dann soll dieser Begriff abstrakt verstanden werden. Das bedeutet, daß der Substitutionsgrad von 2,5 mehr oder weniger weit unter- bzw. überschritten werden kann, wobei lediglich die Forderung einzuhalten ist, daß ein derartiges Cellulose-2,5-Acetat bei Raumtemperatur (etwa 20°C) in Aceton löslich ist. Auf jeden Fall soll die Zahl "2,5" in der

chemischen Bezeichnung "Cellulose-2,5-Acetat" die zuvor mit dem bevorzugten Substitutionsgrad bezeichneten Celluloseacetate einbeziehen.

Der Titer der erfindungsgemäßen Filamente ist nicht kritisch. Vorzugsweise liegt er zwischen etwa 1 und 14 dtex, insbesondere zwischen etwa 1,5 bis 9 dtex. Es handelt sich um die Feinheitbezeichnung für
5 Filamente, d.h. eine Gewichtsangabe pro Länge, deren Einheit das dtex ist.

Vorzugsweise werden die Parameter der erfindungsgemäßen Filamente so eingestellt, daß deren Zugfestigkeit zwischen etwa 0,9 und 1,2 cN/dtex, insbesondere zwischen etwa 1,0 und 1,2 cN/dtex, sowie die Dehnung zwischen etwa 10 und 30%, insbesondere zwischen etwa 15 und 25%, liegt. Damit genügen
10 sie den Anforderungen, die an die bekannten Filamente dieser Art gestellt werden, um sie für die nachfolgend bezeichneten Anwendungsgebiete geeignet zu machen.

Es hat sich gezeigt, daß die den Kern der Erfindung bildenden und in Aceton löslichen Cellulose-2,5-Acetate geeignet sind, in eine optische isotrope Spinnlösung zur Herstellung von Filamenten überführt zu werden, die dieses Cellulose-2,5-Acetat in Aceton gelöst sowie gegebenenfalls weitere Additive enthält. Erfindungsgemäß ist diese optisch isotrope Spinnlösung dadurch gekennzeichnet, daß die Konzentration
15 des Cellulose-2,5-Acetats in der Spinnlösung etwa 35 bis 47 Masse-% beträgt und der Polymerisationsgrad (DP) des Cellulose-2,5-Acetats zwischen etwa 110 und 210 liegt. Hierbei wird es bevorzugt, daß das Cellulose-2,5-Acetat die vorstehend bereits im Zusammenhang mit der Beschreibung der Filamente genannten Polymerisations- und Substitutionsgrade aufweist.

Im Hinblick auf die optimale Konzentration des Cellulose-2,5-Acetats in der erfindungsgemäßen optisch isotropen Spinnlösung ist es von besonderem Vorteil, wenn dessen Konzentration (c) in der Spinnlösung höchstens 8 Masse-% und insbesondere höchstens 6 Masse-% unterhalb der kritischen Konzentration (c*),
20 gemessen bei Raumtemperatur (etwa 20 °C), liegt. Wird diese kritische Konzentration an Cellulose-2,5-Acetat zu höheren Konzentrationen der Spinnlösung ohne Einwirkung äußerer Kräfte, wie Scherkräfte, überschritten (c > c*), dann wird die Spinnlösung vom isotropen in den anisotropen Zustand überführt.

Um die erfindungsgemäße optisch isotrope Spinnlösung weiter zu verbessern, können ihr verschiedene Additive einverleibt werden, wie Pigmente und Wasser. Vorzugsweise enthält die erfindungsgemäße optisch isotrope Spinnlösung bis zu etwa 6 Masse-% und insbesondere etwa 2 bis 4 Masse-% Wasser. Mit der
25 Einverleibung von Wasser ist der Vorteil verbunden, daß die Viskosität der Spinnlösung mit der Folge einer verbesserten Verspinnbarkeit herabgesetzt wird.

Wird die erfindungsgemäße optisch isotrope Spinnlösung zur Herstellung von Filamenten eingesetzt, die für ein (Zigaretten)filtertow zur Herstellung von Zigarettenfiltern verwendet werden, dann enthält die Spinnlösung vorzugsweise ein feinteiliges Pigment, insbesondere ein Weißpigment, wie vorzugsweise
30 Titandioxid. Dabei liegt die Teilchengröße zweckmäßigerweise in dem Bereich von etwa 0,3 µm bis 0,5 µm. Die Menge an feinteiligem Pigment in der Spinnlösung beträgt vorzugsweise etwa 0,4 bis 0,8 Masse-%, bezogen auf den Anteil der Spinnlösung an Cellulose-2,5-Acetat. Ganz besonders bevorzugt wird der massenprozentuale Bereich von etwa 0,4 bis 0,6.

Die mit der Erfindung erzielbaren Vorteile lassen sich wie folgt beschreiben: In der Spinnerei läßt sich eine optisch isotrope acetoneische Spinnlösung mit einem wesentlich höheren Gehalt an Cellulose-2,5-Acetat herstellen und verspinnen, insbesondere nach dem üblichen Trockenspinnen. Bei der Herstellung von z.B.
40 (Zigaretten)filtertow muß pro Gewichtseinheit produziertem Filtertow aufgrund der hohen Spinnlösungskonzentration sehr viel weniger Aceton als unter den bisherigen Bedingungen zurückgewonnen werden. Auf diese Weise lassen sich, bei z.B. gleicher Filtertow-Produktion, die mit der Rückgewinnung des Acetons verbundenen Kosten merklich verringern. Somit kann in der Spinnerei anhand der ertindungsgemäßen Spinnlösung bei gleicher Viskosität eine Spinnlösung sehr viel höherer Konzentration als bisher hergestellt
45 und verarbeitet werden.

Die oben angesprochenen Vorteile werden demzufolge mit einer optisch isotropen acetoneischen Spinnlösung hoher Konzentration an Cellulose-2,5-Acetat erzielt. Die Anisotropie bzw. Isotropie kann durch Augenschein festgestellt werden. Eine anisotrope Phase sieht trüb und/oder "perlmutterartig" aus, während die isotrope Phase stets klar ist. Auch kann der jeweilige isotrope bzw. anisotrope Zustand einer Spinnlö-
50 sung mikroskopisch mit gekreuzten Nicols festgestellt werden. Wenn beispielsweise eine Probe einer anisotropen Spinnlösung zwischen Objektträger und Deckglas eines Mikroskops nach dem Niederdrücken des Deckglases zwischen gekreuzten Nicols beobachtet wird, ist mindestens ein Teil der Lösung lichtdurchlässig. Hierbei spielt auch die Temperatur eine Rolle; wenn die Temperatur einer anisotropen Celluloseacetatlösung von anfänglich Raumtemperatur gesteigert wird, dann kann die anisotrope Phase allmählich in die
55 isotrope Phase übergehen. Wird die Temperatur weiter erhöht, wandelt sich die gesamte Spinnlösung in ein isotropes System um. Die Temperaturbereiche, bei denen diese Übergänge stattfinden, variieren je nach Art des Cellulosederivats, dessen Konzentration in der Spinnlösung und dessen Substitutionsgrad.

Die Verwendungsmöglichkeiten der erfindungsgemäß erhaltenen Filamente sind im Vergleich zu den bekannten Filamenten dieser Art nicht eingeschränkt. So können sie zur Herstellung von Filtertow (zu einem Band zusammengefaßte Filamentbündel), für Tabakrauchfilter, insbesondere Zigarettenfilter, aber auch beispielsweise zur Herstellung von - textilen - Garnen für Futterstoffe oder von Mischgeweben mit Baumwolle verwendet werden.

Technologisch könnte die vorliegende Erfindung wie folgt erklärt werden: Ausgangspunkt ist eine isotrope acetonische Lösung von Cellulose-2,5-Acetat der bezeichneten Art, deren Konzentration bis dicht an den kritischen Konzentrationswert (c^*) angehoben werden kann, von dem an eine anisotrope Phase entsteht. Wird eine derartige isotrope Lösung in die Spinn Düsenkanäle (Kapillaren) eingeführt, dann bewirken die durch die Strömungskräfte auftretenden Scherkräfte im Spinn Düsenkanal, daß sich überwiegend eine Orientierung und damit Anisotropie einstellt. Im Bereich der Kapillare und nach Austritt aus der Kapillare unterscheidet sich die isotrope Phase nicht von einer echten anisotropen Phase. Aus diesem Grund erhält man in beiden Fällen nahezu gleiche Faserfestigkeiten. Verläßt die Spinnlösung den Spinn Düsenkanal, dann treten zwei Abläufe in Konkurrenz, einerseits die Relaxation der orientierten Polymerketten und andererseits die Verdampfung des Acetons. Aufgrund der hohen Konzentration, die nur wenig unter der zuvor bereits erwähnten kritischen Konzentration (c^*) liegt, ist die Relaxationszeit der orientierten Polymerketten länger als die Zeit, innerhalb derer durch die Verdampfung des Acetons die kritische Konzentration (c^*) erreicht wird. Mit anderen Worten ist die Verdampfungsgeschwindigkeit höher als die Relaxationsgeschwindigkeit. Der anisotrope Zustand stellt sich beispielsweise bei einer Konzentration des Cellulose-2,5-acetas von etwa 47 bis 48 Masse-% in der acetonischen Lösung ein, wenn dessen DP-Wert etwa 150 und dessen DS-Wert etwa 2,45 beträgt. Diese Angabe ist nur beispielhaft. Durch eine möglichst schnelle Verdampfung soll demzufolge die acetonische Spinnlösung des Cellulose-2,5-Acetats in einen solchen Konzentrationsbereich überführt werden, in dem das System Anisotropie zeigt. Im Ergebnis überrascht es also, daß erfindungsgemäß eine isotrope Spinnlösung eingesetzt werden kann und mit dieser in höchst wirtschaftlicher Weise Filamente gewonnen werden können, die bisher nur mit anisotropen Spinnlösungen herstellbar waren.

Die Erfindung soll nachfolgend anhand zweier Beispiele noch näher erläutert werden:

Beispiel 1:

Eingesetzt wurde eine Spinnlösung folgender Zusammensetzung:

	Masse-%
Celluloseacetat (DP: 150; DS: 2,45)	43,2
Wasser	3
Aceton	53,8

Die Spinnlösung wurde in einer üblichen Trockenspinnanlage versponnen, die eine Düsenplatte mit 125 Düsenkanälen aufwies. Die Düsenkanäle waren im Querschnitt dreieckig. Das Dreieck hatte eine Kantenlänge von 45 μm . Die Düsentemperatur betrug 47 °C und der Düsendruck 88 bar. Die Spinn geschwindigkeit betrug 340 m/min bei einem Verstreckungsfaktor von 1,6. In dem sich unter der Spinn Düse befindenden Spinn schacht einer Gesamtlänge von 4 m herrschte eine Temperatur von 70 °C. Pro Stunde wurden 10 m³ Aceton-Luftgemisch abgesaugt. Die erhaltenen Filamente hatten die folgenden physikalischen Eigenschaften:

Titer:	3,1 dtex
Zugfestigkeit:	1,0 cN/dtex
Dehnung:	19,4%

Die mit dem Verfahren nach diesem Beispiel erhaltenen 125 Filamente wurden zu einem Filamentbündeln vereinigt. 80 solcher Filamentbündel wurden zu einem Zigarettenfiltertow (Englisch: cigarette filter tow) zusammengefaßt.

Beispiel 2:

Eingesetzt wurde eine Spinnlösung folgender Zusammensetzung:

5

	Masse-%
Celluloseacetat (DP: 170; DS: 2,47)	42,1
Wasser	3
Aceton	54,9

10

Die Spinnlösung wurde auf derselben Trockenspinnanlage wie gemäß Beispiel 1 versponnen, allerdings wies die Düsenplatte 240 Düsenkanäle auf. Die Düsenkanäle waren im Querschnitt dreieckig. Das Dreieck hatte eine Kantenlänge von 45 µm. Die Düsensentemperatur wurde auf 52 °C eingeregelt, und der Düsendruck betrug 80 bar. Die Spinn­geschwindigkeit betrug 310 m/min bei einem Verstreckungsfaktor von 1,3. Die Temperatur in dem sich unter der Spinn­düse befindenden Spinn­schacht mit einer Gesamtlänge von 4 m betrug 70 °C. Pro Stunde wurden 10 m³ Aceton-Luftgemisch abgesaugt. Die erhaltenen Filamente hatten die folgenden physikalischen Eigenschaften:

20

Titer:	3,6 dtex
Zugfestigkeit:	1,1 cN/dtex
Dehnung:	20,5%

25

Patentansprüche

1. Filamente auf der Basis eines in Aceton löslichen Celluloseacetats, dadurch **gekennzeichnet**, daß der Polymerisationsgrad (DP) des Celluloseacetats zwischen etwa 110 und 210 liegt.
2. Filamente nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Polymerisationsgrad (DP) zwischen etwa 150 und 180 und insbesondere zwischen etwa 160 und 180 liegt.
3. Filamente nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Substitutionsgrad (DS) des Celluloseacetats zwischen etwa 2,2 und 2,7 liegt.
4. Filamente nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß der Substitutionsgrad (DS) des Celluloseacetats zwischen etwa 2,4 und 2,6 und insbesondere zwischen etwa 2,4 und 2,5 liegt.
5. Filamente nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß ihr Titer zwischen etwa 1 und 14 dtex liegt.
6. Filamente nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß ihr Titer zwischen etwa 1,5 und 9 dtex liegt.
7. Filamente nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß deren Zugfestigkeit zwischen etwa 0,9 und 1,2 cN/dtex liegt.
8. Filamente nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß deren Dehnung zwischen etwa 10 und 30% liegt.
9. Filamente nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß sie ein feinteiliges Pigment, insbesondere in einer Menge von 0,1 bis 0,8 Masse-% enthalten.
10. Optisch isotrope Spinnlösung zur Herstellung von Filamenten, die ein in Aceton gelöstes Celluloseacetat und gegebenenfalls weitere Additive enthält, dadurch **gekennzeichnet**, daß die Konzentration des Celluloseacetats in der Spinnlösung etwa 35 bis 47 Masse-% beträgt und der Polymerisationsgrad (DP) des Celluloseacetats zwischen etwa 110 und 210 liegt.

55

11. Spinnlösung nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß der Polymerisationsgrad des Celluloseacetats zwischen etwa 150 und 180 und insbesondere zwischen etwa 160 und 180 liegt.
- 5 12. Spinnlösung nach Anspruch 10 oder 11, dadurch gekennzeichnet, daß der Substitutionsgrad (DS) des Celluloseacetats zwischen etwa 2,2 und 2,7 liegt.
13. Spinnlösung nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß der Substitutionsgrad (DS) des Celluloseacetats zwischen etwa 2,4 und 2,6 und insbesondere zwischen etwa 2,4 und 2,5 liegt.
- 10 14. Spinnlösung nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche 10 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß die Konzentration des Celluloseacetats im Aceton höchstens 8 Masse-%, insbesondere höchstens 6 Masse-% unterhalb der kritischen Konzentration (c^*), gemessen bei Raumtemperatur (etwa 20 °C), liegt, bei deren Überschreiten zu einer höheren Konzentration an Cellulose-Acetat die Spinnlösung ohne Einwirkung äußerer Kräfte vom isotropen in den anisotropen Zustand überführt wird.
- 15 15. Spinnlösung nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche 10 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß sie bis zu etwa 6 Masse-% und insbesondere etwa 2 bis 4 Masse-% Wasser enthält.
- 16 16. Spinnlösung nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche 10 bis 15, dadurch gekennzeichnet, daß sie ein feinteiliges Pigment enthält.
17. Spinnlösung nach Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, daß sie als feinteiliges Pigment ein Weißpigment, insbesondere Titandioxid, enthält.
- 25 18. Spinnlösung nach einem der Ansprüche 16 oder 17, dadurch gekennzeichnet, daß sie etwa 0,4 bis 0,8 Masse-%, bezogen auf das Celluloseacetat in der Spinnlösung, feinteiliges Pigment enthält.
19. Verwendung der Spinnlösung nach mindestens einem der Ansprüche 10 bis 18 zur Herstellung von Filamenten nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 9 durch übliches Trockenspinnen.

30

35

40

45

50

55



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung
EP 94 10 0584

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.5)
P,A	US-A-5 269 996 (BENEDICT M. LEE ET AL.) * das ganze Dokument *	1-19	D01F2/30

A	US-A-2 829 027 (DAVID W. RAYNOLDS ET AL.)		

A	US-A-1 688 531 (HENRY DREYFUS)		

A	US-A-1 620 636 (HENRY DREYFUS)		

			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.5)
			D01F D01D C08J C08B C08L
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort DEN HAAG		Abschlußdatum der Recherche 22. April 1994	Prüfer Tarrida Torrell, J
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 Patentedokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus andern Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	