

(12)

PATENTSCHRIFT

(21) Anmeldenummer: 1798/97

(51) Int.Cl.⁶ : **C08J 5/12**
B32B 23/04, //C08L 1:02

(22) Anmeldetag: 23.10.1997

(42) Beginn der Patentdauer: 15.12.1998

(45) Ausgabetag: 25. 8.1999

(73) Patentinhaber:

LENZING AKTIENGESELLSCHAFT
A-4860 LENZING, OBERÖSTERREICH (AT).

(54) **VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG CELLULOSISCHER FORMKÖRPER**

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung cellulosischer Flachfolien, wobei eine Lösung von Cellulose in einem wässrigen tertiären Aminoxid mittels einer Extrusionsdüse, die einen länglichen Extrusionsspalt aufweist, folienartig als Bahn ausgeformt und durch einen Luftspalt in ein Fällbad transportiert wird, wobei im Fällbad die cellulosische Flachfolie gebildet wird, dadurch gekennzeichnet, daß die als Bahn ausgeformte Lösung an ihren Seitenrändern mit cellulosischen Bändern in Kontakt gebracht und verbunden wird und daß die cellulosischen Bänder an den Seitenrändern der als Bahn ausgeformten Lösung und gegebenenfalls der cellulosischen Flachfolie so geführt werden, daß ein Querschrumpf verhindert wird.

AT 405 405 B

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung cellulosischer Formkörper, insbesondere cellulosischer Flachfolien, wobei eine Lösung von Cellulose in einem wässrigen tertiären Aminoxid mittels einer Extrusionsdüse, die einen länglichen Extrusionsspalt aufweist, folienartig als Bahn ausgeformt und durch einen Luftspalt in ein Fällbad transportiert wird, wobei im Fällbad die cellulosische Flachfolie

5 gebildet wird.

Aus der US-A-2 179 181 ist bekannt, daß tertiäre Aminoxide Cellulose zu lösen vermögen und daß aus diesen Lösungen durch Fällung cellulosische Formkörper wie Fasern gewonnen werden können. Ein Verfahren zur Herstellung derartiger Lösungen ist beispielsweise aus der EP-A-0 356 419 bekannt. Gemäß dieser Veröffentlichung wird zunächst eine Suspension von Cellulose in einem wässrigen tertiären

10 Aminoxid bereitet. Das Aminoxid enthält bis zu 40 Masse% Wasser. Die wässrige Cellulosesuspension wird in einem Dünnschichtbehandlungsapparat in die Lösung übergeführt.

Aus der DE-A-28 44 163 ist bekannt, zur Herstellung von Cellulosefasern zwischen Spindüse und Fällbad einen Luftspalt zu legen, um einen Düsenverzug zu ermöglichen. Dieser Düsenverzug ist notwendig, da nach Kontakt der geformten Spinnlösung mit dem wässrigen Fällbad eine Reckung der Fäden sehr

15 erschwert wird. Im Fällbad wird die im Luftspalt eingestellte Faserstruktur fixiert.

Ein Verfahren zur Herstellung cellulosischer Fäden ist weiters aus der DE-A-28 30 685 bekannt, wonach eine Lösung von Cellulose in einem tertiären Aminoxid in warmem Zustand zu Filamenten geformt wird, die Filamente mit Luft abgekühlt und anschließend in ein Fällbad eingebracht werden, um die gelöste Cellulose zu fällen. Die Oberfläche der versponnenen Fäden wird weiters mit Wasser benetzt, um ihre Neigung, an

20 benachbarten Fäden anzukleben, zu vermindern.

Die Herstellung von cellulosischen Flachfolien aus einer Lösung von Cellulose in einem wässrigen tertiären Aminoxid erfolgt bei heute üblichen Verfahren durch Extrusion der Lösung durch eine Extrusionsdüse mit länglichem Extrusionsspalt, d.h. einer Flachdüse, in einen Luftspalt, wobei gegebenenfalls die folienartig als Bahn ausgeformte Lösung im Luftspalt verzogen wird. Bei höheren Längsverzügen kommt es zu einem starken Querschrumpf der folienartig ausgeformten Lösung bzw. der cellulosischen Flachfolie entlang der Strecke vom Düsenaustritt bis zum Fällbad und insbesondere weiter entlang der gesamten

25 Waschstrecke. Zusätzlich muß die Folie während des Trocknens mittels aufwendiger mechanischer Mittel, wie z.B. Kluppen, breitgehalten werden. Zur Erzielung biaxial verbesserter mechanischer Eigenschaften ist es weiters erforderlich, die folienartig ausgeformte Lösung bzw. die cellulosische Flachfolie in Querrichtung

30 zu verstrecken.

Die bei der Herstellung von thermoplastischen Flachfolien angewandten Verfahren für das Breithalten bzw. Verstrecken der Folien in Querrichtung verwenden an endlosen Bändern bzw. Ketten angebrachte Klemmvorrichtungen (Kluppen). Durch Führung der Klemmvorrichtungen in divergierende Richtungen wird die Folie auf ein Vielfaches ihrer Ausgangsbreite verstreckt (Handbuch der Kunststoffextrusionstechnik, II, Extrusionsanlagen, Hanser-Verlag, 1986, 261-269). Diese Art der Querverstreckung ist jedoch mit einem

35 enormen Aufwand verbunden.

Aus der DE-A-195 15 137 ist ein Verfahren zur Herstellung von Flachfolien bekannt, wobei mittels einer Ringdüse zunächst eine Schlauchfolie hergestellt wird, die nach Waschen und Trocknen zu Flachfolien aufgeschnitten wird. Bei der Herstellung der Schlauchfolie wird der extrudierte Schlauch im Luftspalt nicht nur in Abzugsrichtung verstreckt, sondern auch in Querrichtung aufgedehnt. Dies geschieht durch einen im Inneren des Schlauches wirksamen Gasdruck. Die Nachteile dieses Verfahrens bestehen im komplizierten Aufbau der zu verwendenden Vorrichtung sowie im Wasch- und Trocknungsprozeß, der bei Schlauchfolien aufwendiger ist als bei Flachfolien.

40

Aus der WO-A-97/24215 ist ein Verfahren zur Herstellung einer cellulosischen Folie bekannt, bei dem eine cellulosische Lösung auf eine dehnbare Oberfläche aufgebracht wird, auf der die Lösung anhaftet, die Lösung anschließend durch Strecken der dehnbaren Oberfläche verstreckt und schließlich gefällt wird. Nachteilig ist hierbei jedoch der komplizierte Aufbau der verwendeten Vorrichtung.

Der vorliegenden Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Herstellung cellulosischer Flachfolien mit verbesserten mechanischen Eigenschaften zur Verfügung zu stellen, welches Verfahren die

50 oben beschriebenen Nachteile nicht aufweist und bei dem es möglich sein soll, die cellulosischen Flachfolien ohne großen Aufwand zu führen und zu verstrecken.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe bei einem Verfahren zur Herstellung cellulosischer Flachfolien, wobei eine Lösung von Cellulose in einem wässrigen tertiären Aminoxid mittels einer Extrusionsdüse, die einen länglichen Extrusionsspalt aufweist, folienartig als Bahn ausgeformt und durch einen Luftspalt in ein Fällbad transportiert wird, wobei im Fällbad die cellulosische Flachfolie gebildet wird, dadurch gelöst, daß die als Bahn ausgeformte Lösung an ihren Seitenrändern mit cellulosischen Bändern in Kontakt gebracht und verbunden wird und daß die cellulosischen Bänder an den Seitenrändern der als Bahn ausgeformten Lösung und gegebenenfalls der cellulosischen Flachfolie so geführt werden, daß ein Querschrumpf

55

verhindert wird.

Unter cellulosischen Bändern wird hierbei jegliches band-, schnur- oder strangförmige cellulosisches Material verstanden, das sich in Längsrichtung erstreckt, beispielsweise Schnüre, Garne, Flachbänder und dergleichen auf cellulosischer Basis.

5 Nach einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens werden die cellulosischen Bänder mit der als Bahn ausgeformten Lösung durch Pressen verbunden.

Nach einer weiteren bevorzugten Ausführungsform werden die cellulosischen Bänder mit der als Bahn ausgeformten Lösung durch Zug verbunden. Zweckmäßig wird hierbei die als Bahn ausgeformte Lösung durch den Luftspalt mittels einer Umlenkung schräg nach unten transportiert, wobei durch den hierdurch
10 entstehenden Zug die als Bahn ausgeformte Lösung mit den cellulosischen Bändern verbunden wird. Gegebenenfalls kann aber auch nach dieser Ausführungsform zusätzlich ein Verbinden durch Pressen erfolgen.

Vorteilhaft werden die cellulosischen Bänder mit der als Bahn ausgeformten Lösung durch Zug- und/oder Preßvorrichtungen, insbesondere Walzen, welche mit Fällflüssigkeit benetzt sind, verbunden.

15 Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform des Verfahrens wird die mit den cellulosischen Bändern verbundene cellulosische Flachfolie durch das Fällbad und danach weiter durch eine Waschstrecke geführt. Gemäß einer weiters bevorzugten Ausführungsform wird die mit den cellulosischen Bändern verbundene cellulosische Flachfolie nach der Waschstrecke noch über einen Trockner geführt. Vorzugsweise wird die mit den cellulosischen Bändern verbundene cellulosische Flachfolie nach dem Trockner weiters zu einer
20 Wickelvorrichtung geführt.

Durch Anwendung dieses Verfahrens wird die cellulosische Flachfolie über die gesamte Strecke vom Fällbad über die Waschstrecke und den Trockner zur Wickelvorrichtung exakt geführt. Ein Vorteil der Ausführung besteht darin, daß keine speziellen Mechanismen zum Breithalten der cellulosischen Flachfolie benötigt werden und ein Querschrumpf der Flachfolie wirksam vermieden wird, da die Flachfolie über die
25 gesamte Strecke durch die Führung der cellulosischen Bänder gehalten wird. Ein weiterer Vorteil besteht darin, daß ein aufwendiges Einfädeln der cellulosischen Flachfolie durch alle Umlenkwalzen im Fällbad und entlang der Waschstrecke entfällt, weil die Flachfolie von den cellulosischen Bändern mitgenommen wird.

Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform werden die cellulosischen Bänder über Spurrillen geführt. Hierbei weisen alle Kalande und Umlenkungsorgane die entsprechenden Spurrillen auf.

30 Gemäß einer weiteren bevorzugten Ausführungsform werden die cellulosischen Bänder durch Zug oder Druck, beispielsweise mittels Preßwalzen, geführt, wobei die cellulosischen Bänder in entsprechenden Abständen geführt und gehalten werden. Gegebenenfalls können die Preßwalzen ebenfalls Spurrillen für die Bänder aufweisen.

Vorzugsweise wird die cellulosische Flachfolie durch divergierendes bzw. auseinanderlaufendes Führen
35 der cellulosischen Bänder querverstreckt. Unter Querverstrecken wird hierbei verstanden, daß ein Verstrecken in Richtung der Breite der cellulosischen Flachfolie erfolgt.

Als cellulosische Bänder werden zweckmäßigerweise Schnüre, Garne, Flachbänder und dergleichen auf cellulosischer Basis verwendet. Vorteilhaft können die cellulosischen Bänder nach erfolgter Randbeschneidung der cellulosischen Flachfolie abgezogen und wiederum eingesetzt werden.

40 Eine besondere Ausführungsform verwendet als cellulosische Bänder die zu einer Schnur verzwirnten, bei der Randbeschneidung der Flachfolie anfallenden Randstreifen.

Gemäß einer weiteren bevorzugten Ausführungsform wird die als Bahn ausgeformte Lösung im Luftspalt in Längsrichtung verstreckt.

Es hat sich als zweckmäßig erwiesen, daß die cellulosischen Bänder vor dem Verbinden mit der als
45 Bahn ausgeformten Lösung mit einer Lösung eines tertiären Aminoxids getränkt werden, wodurch die Oberfläche der cellulosischen Bänder angelöst und damit das Verbinden erleichtert wird.

Beim erfindungsgemäßen Verfahren wird als tertiäres Aminoxid vorzugsweise N-Methylmorpholin-N-oxid (NMMO) verwendet.

50 An Hand der beigefügten Zeichnung werden bevorzugte Ausführungsformen der Erfindung noch näher erläutert.

Die Fig. 1 und 2 zeigen schematisch eine Vorrichtung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens, wobei in Fig. 1 eine Seitenansicht der Vorrichtung dargestellt ist und Fig. 2 ein Detail der Vorrichtung von Fig. 1 in Vorderansicht zeigt. Eine Lösung 1 von Cellulose in einem wässrigen Aminoxid wird mittels einer Extrusionsdüse 2 mit länglichem Extrusionsspalt 3 folienartig als Bahn 4 ausgeformt und
55 durch einen Luftspalt 5 in ein Fällbad 6 transportiert. Beim Eintritt der als Bahn 4 ausgeformten Lösung in das Fällbad 6 wird die als Bahn 4 ausgeformte Lösung an ihren Seitenrändern 7 mit cellulosischen Bändern 8, die von einer Abwickelvorrichtung 9 abgewickelt werden, in Kontakt gebracht und mit den cellulosischen Bändern 8 verbunden. Das Verbinden erfolgt durch unmittelbar über der Fällbadoberfläche 10 angeordnete

Preßwalzen 11.

Beim Eintritt in das Fällbad 6 wird die als Bahn 4 ausgeformte Lösung gefällt, wobei eine cellulosische Flachfolie 12 gebildet wird. Die cellulosische Flachfolie 12 ist an ihren Seitenrändern 7 mit den cellulosischen Bändern 8 fest verbunden. Die cellulosischen Bänder 8 werden über Kalandern 13 und Umlenkwalzen 14 durch das Fällbad 6 geführt, wobei die cellulosische Flachfolie 12 von den cellulosischen Bändern 8 gehalten wird.

Die mit den cellulosischen Bändern 8 verbundene cellulosische Flachfolie 12 wird aus dem Fällbad 6 weiter über eine nicht näher dargestellte Waschstrecke, sowie über einen ebenfalls nicht dargestellten Trockner bis zu einer nicht dargestellten Wickelvorrichtung geführt.

Wie in Fig. 3 näher dargestellt, werden die cellulosischen Bänder 8 mittels Spurrillen 15, die auf den Kalandern 13 und Umlenkwalzen 14 vorgesehen sind, geführt. Die cellulosische Flachfolie 12 wird hierbei über die gesamte Strecke im Fällbad 6 durch die cellulosischen Bänder 8 gehalten, so daß ein Querschrumpf der cellulosischen Flachfolie 12 zuverlässig vermieden wird. Durch geeignete Maßnahmen, beispielsweise eine Änderung der Spurweite der Spurrillen 15 kann die cellulosische Flachfolie 12 querverstreckt werden.

In Fig. 4 ist das Verbinden der als Bahn 4 ausgeformten Lösung 1 von Cellulose in einem wässrigen Aminoxid mit den cellulosischen Bändern 8 mittels Preßwalzen 11 noch näher dargestellt. Durch den Kontakt von wässrigem Aminoxid mit den cellulosischen Bändern 8 werden diese an ihrer Oberfläche angelöst so daß ein rasches und festes Verbinden mit der als Bahn 4 ausgeformten Lösung sichergestellt ist. Um ein Anhaften der als Bahn 4 ausgeformten Lösung an den Preßwalzen 11 zu verhindern, tauchen die Preßwalzen 11 teilweise in das Fällbad 6 ein, so daß bei Kontakt der als Bahn 4 ausgeformten Lösung mit dem Fällbad 6 die Lösung gefällt wird und ein Anhaften der als Bahn 4 ausgeformten Lösung auf den Preßwalzen 11 verhindert wird.

Gemäß der in Fig. 5 dargestellten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens wird die als Bahn 4 ausgeformte Lösung im Luftspalt 5 schräg nach unten abgezogen, wobei die Preßwalzen 11 gleichzeitig als Umlenkwalzen wirken. Durch den ausgeübten Zug wird die als Bahn 4 ausgeformte Lösung ebenfalls mit den cellulosischen Bändern 8 verbunden.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung cellulosischer Flachfolien (12), wobei eine Lösung (1) von Cellulose in einem wässrigen tertiären Aminoxid mittels einer Extrusionsdüse (2), die einen länglichen Extrusionsspalt (3) aufweist, folienartig als Bahn (4) ausgeformt und durch einen Luftspalt (5) in ein Fällbad (6) transportiert wird, wobei im Fällbad (6) die cellulosische Flachfolie (12) gebildet wird,
dadurch gekennzeichnet,
daß die als Bahn (4) ausgeformte Lösung an ihren Seitenrändern (7) mit cellulosischen Bändern (8) in Kontakt gebracht und verbunden wird und daß die cellulosischen Bänder (8) an den Seitenrändern (7) der als Bahn (4) ausgeformten Lösung und gegebenenfalls der cellulosischen Flachfolie (12) so geführt werden, daß ein Querschrumpf verhindert wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß die cellulosischen Bänder (8) mit der als Bahn (4) ausgeformten Lösung durch Pressen verbunden werden.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß die cellulosischen Bänder (8) mit der als Bahn (4) ausgeformten Lösung durch Zug verbunden werden.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet**, daß die cellulosischen Bänder (8) mit der als Bahn (4) ausgeformten Lösung durch Zug- und/oder Preßvorrichtungen (11), insbesondere Walzen, welche mit Fällflüssigkeit benetzt sind, verbunden werden.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, daß die mit den cellulosischen Bändern (8) verbundene cellulosische Flachfolie (12) durch das Fällbad (6) und danach durch eine Waschstrecke geführt wird.
6. Verfahren nach Anspruch 5, **dadurch gekennzeichnet**, daß die mit den cellulosischen Bändern (8) verbundene cellulosische Flachfolie (12) nach der Waschstrecke über einen Trockner geführt wird.

AT 405 405 B

7. Verfahren nach Anspruch 6, **dadurch gekennzeichnet**, daß die mit den cellulosischen Bändern (8) verbundene cellulosische Flachfolie (12) nach dem Trockner zu einer Wickelvorrichtung geführt wird.
- 5 8. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet**, daß die cellulosischen Bänder (8) über Spurrillen (15) geführt werden.
9. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet**, daß die cellulosischen Bänder (8) durch Zug oder Druck, beispielsweise mittels Preßwalzen, geführt werden.
- 10 10. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 9, **dadurch gekennzeichnet**, daß die cellulosische Flachfolie (12) durch divergierendes Führen der cellulosischen Bänder (8) querverstreckt wird.
- 15 11. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 10, **dadurch gekennzeichnet**, daß als cellulosische Bänder (8) zu einer Schnur verzwirnte, bei der Randbeschneidung einer durch ein Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 10 hergestellten cellulosischen Flachfolie (12) anfallende Randstreifen eingesetzt werden.
- 20 12. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 11, **dadurch gekennzeichnet**, daß die cellulosischen Bänder (8) vor dem Verbinden mit der als Bahn (4) ausgeformten Lösung mit einer Lösung eines tertiären Aminoxids getränkt werden.

Hiezu 4 Blatt Zeichnungen

25

30

35

40

45

50

55

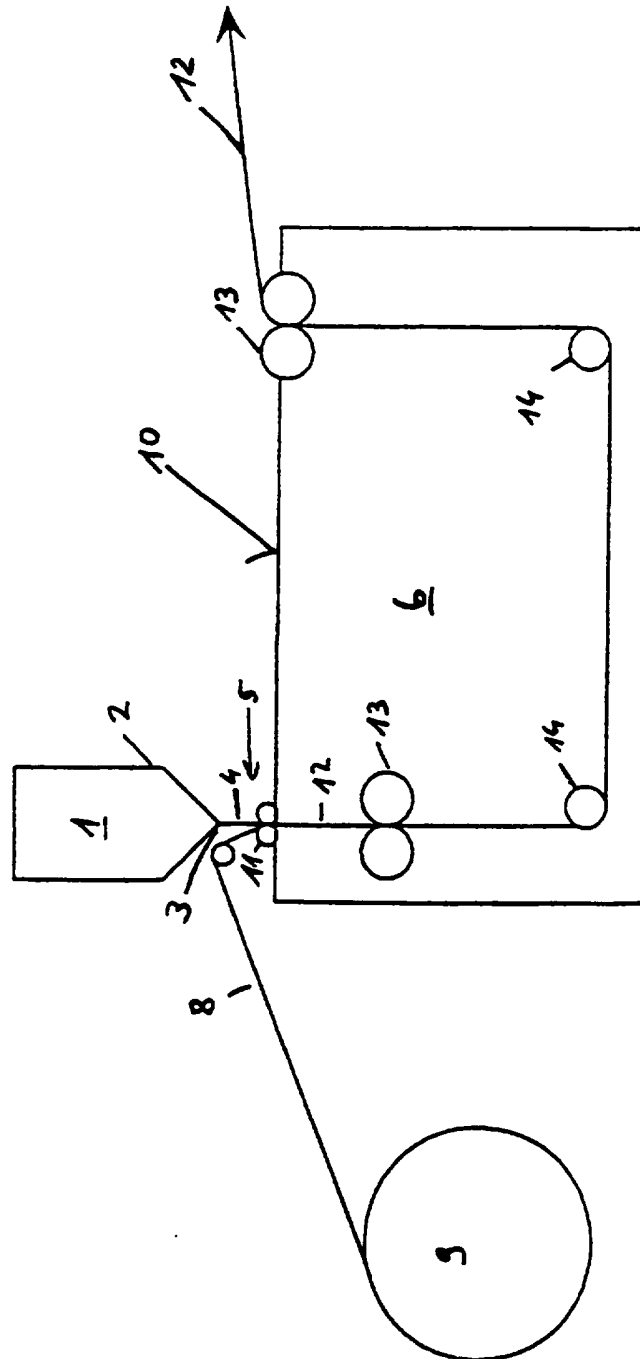


FIG. 1

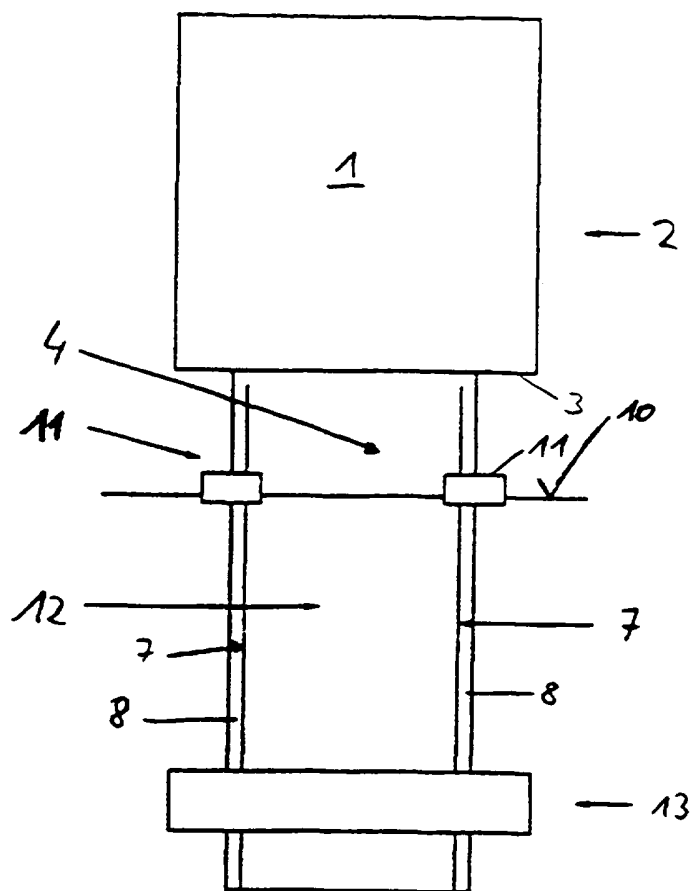


FIG. 2

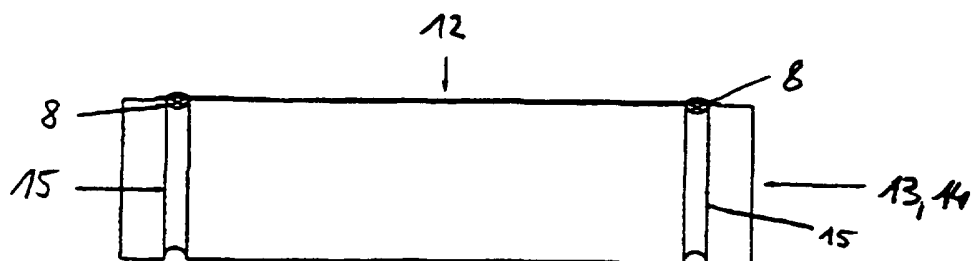


FIG. 3

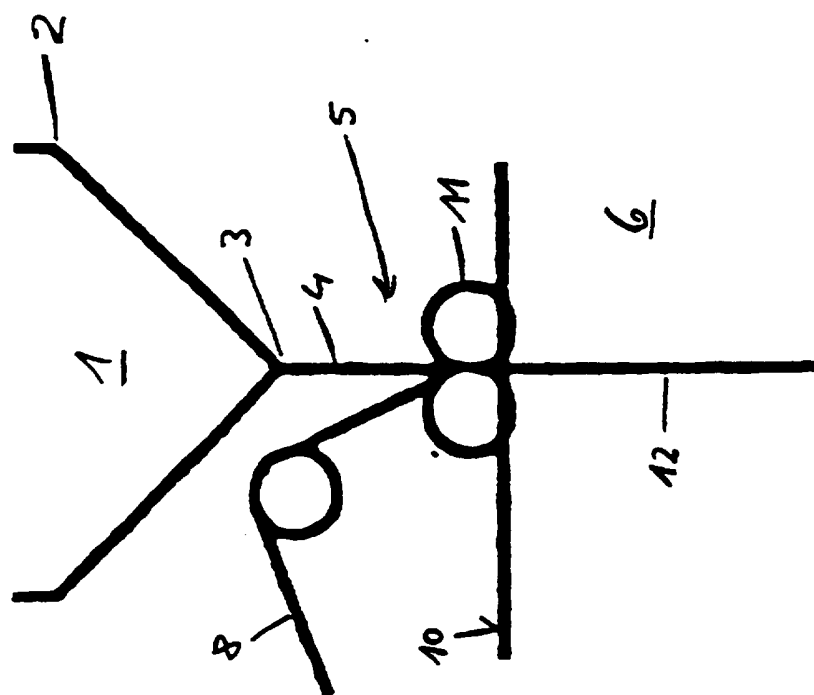


FIG. 4

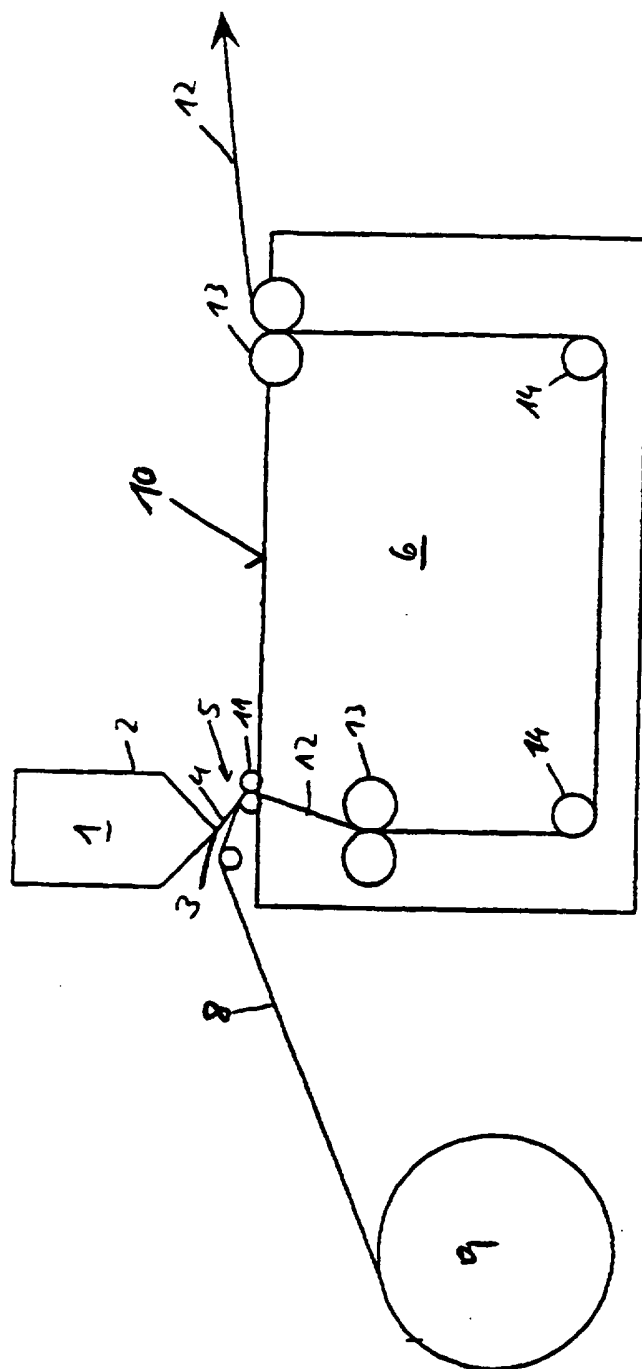


FIG. 5