

(19)



Republik
Österreich
Patentamt

(11) Nummer:

AT 405 576 B

(12)

PATENTSCHRIFT

(21) Anmeldenummer: 763/95

(51) Int.Cl.⁶ : **G01F 1/76**

(22) Anmeldetag: 4. 5.1995

(42) Beginn der Patentdauer: 15. 1.1999

(45) Ausgabetag: 27. 9.1999

(56) Entgegenhaltungen:

DE 233001082 US 5423456A DE 3643368A1

(73) Patentinhaber:

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

(54) **VERFAHREN ZUM KONTROLLIEREN EINER FLIESSENDEN CELLULOSESUSPENSION**

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Austragen einer Suspension von zerkleinerter Cellulose in einem flüssigen, wäßrigen tertiären Aminoxid aus einem Gefäß, wobei das Gewicht des die Suspension enthaltenden Gefäßes gemessen wird und mit den Abweichungen des Gewichts des Gefäßes von einem vorbestimmten Sollwert der Austrag der Suspension aus dem Gefäß geregelt wird.

AT 405 576 B

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Austragen einer Suspension von Cellulose in einem wäßrigen tertiären Aminoxid aus einem Gefäß.

Seit einigen Jahrzehnten wird nach Verfahren zur Herstellung cellulosischer Formkörper gesucht, welche das heute in großem Maßstab angewendete Viskoseverfahren ersetzen sollen. Als eine nicht zuletzt wegen einer besseren Umweltverträglichkeit interessante Alternative hat sich dabei herauskristallisiert, Cellulose ohne Derivatisierung in einem organischen Lösungsmittel aufzulösen und aus dieser Lösung Formkörper, z.B. Fasern, Folien und anderen Formkörpern, zu extrudieren. Solcherart extrudierte Fasern erhielten von der BISFA (The International Bureau for the Standardization of man made fibers) den Gattungsnamen Lyocell. Unter einem organischen Lösungsmittel wird von der BISFA ein Gemisch aus einer organischen Chemikalie und Wasser verstanden.

Es hat sich herausgestellt, daß sich als organisches Lösungsmittel insbesondere ein Gemisch aus einem tertiären Aminoxid und Wasser sehr gut zur Herstellung von cellulosischen Formkörpern eignet. Als Aminoxid wird dabei in erster Linie N-Methylmorpholin-N-oxid (NMMO) verwendet. Andere Aminoxide sind z.B. in der EP-0 533 070 A2 beschrieben. Ein Verfahren zur Herstellung formbarer Celluloselösungen ist z.B. aus der EP-0 356 419 A2 bekannt. Die Herstellung cellulosischer Formkörper unter Anwendung tertiärer Aminoxide wird allgemein als Aminoxidverfahren bezeichnet.

In der EP-0 356 419 A2 ist ein Aminoxidverfahren zur Herstellung spinnbarer Celluloselösungen beschrieben, welches als Ausgangsmaterial u.a. eine Suspension von Cellulose in flüssigem, wäßrigem N-Methylmorpholin-N-oxid (NMMO) verwendet. Dieses Verfahren besteht darin, daß die Suspension in einem Dünnschichtbehandlungsapparat einstufig und kontinuierlich in eine formbare Lösung übergeführt wird. Die formbare Lösung wird schließlich in einem Formwerkzeug, z.B. einer Spinn Düse, zu Filamenten versponnen, die durch ein Fällbad geführt werden.

Als Ausgangsmaterial für die Herstellung der formbaren Celluloselösung dient, wie oben erwähnt, eine Suspension von Cellulose im wäßrigen tertiären Aminoxid. Diese Suspension wird hergestellt, indem zerkleinerte Cellulose in die wäßrige Aminoxidlösung eingebracht wird. Anschließend wird diese Suspension, gegebenenfalls nach einer weiteren Homogenisierung, in die Celluloselösung übergeführt, wofür zweckmäßigerweise ein Dünnschichtbehandlungsapparat, z.B. ein Filmtruder der Firma Buss AG, Schweiz, verwendet wird. Im Dünnschichtbehandlungsapparat werden jene Konzentrationsverhältnisse eingestellt, die es gemäß dem Zustandsdiagramm für das ternäre Stoffgemisch Cellulose/Aminoxid/Wasser (siehe z.B. WO 94/28212 A1) gestatten, daß die Auflösung der Cellulose stattfindet.

Das Aminoxidverfahren kann umso besser durchgeführt werden, je genauer die Cellulosesuspension dosiert wird. Aufgrund der Konsistenz der Suspension ist aber eine Regelung des Flusses einer derartigen Suspension, z.B. von einem Gefäß in einen Dünnschichtbehandlungsapparat, für die Zwecke des Aminoxidverfahrens ungenau. Mit herkömmlichen Massedurchflußmessern, wie z.B. induktiven Durchflußmessern oder Meßgeräten, die das Coriolis-Meßprinzip anwenden, ist eine genaue Regelung des Suspensionsflusses bzw. eine genaue Dosierung wegen der Inhomogenitäten, Luftblasen etc. der Cellulosesuspension nicht möglich.

Die Erfindung stellt sich daher die Aufgabe, ein Verfahren zur Verfügung zu stellen, welches die Lösungsbildung im Dünnschichtbehandlungsapparat bzw. das Aminoxidverfahren verbessert.

Diese Aufgabe wird gelöst durch ein Verfahren zum Austragen einer Suspension von zerkleinerter Cellulose in einem flüssigen, wäßrigen tertiären Aminoxid aus einem Gefäß, wobei das Gewicht des die Suspension enthaltenden Gefäßes gemessen wird und mit den Abweichungen des Gewichts des Gefäßes von einem vorbestimmten Sollwert der Austrag der Suspension aus dem Gefäß geregelt wird.

Es hat sich gezeigt, daß mit dem erfindungsgemäßen Verfahren eine viel genauere Regelung der Austragung einer Cellulosesuspension aus einem Gefäß und damit des Suspensionsflusses beispielsweise in einen Dünnschichtbehandlungsapparat möglich ist als mit herkömmlichen Durchflußmeßgeräten.

Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren kann besonders gut das Austragen einer Cellulosesuspension kontrolliert werden welche die folgende Zusammensetzung aufweist:

Cellulose:	12 bis 15 Masse%;
Wasser:	18 bis 25 Masse%;
tertiäres Aminoxid:	60 bis 65 Masse%.

wobei die Masse% auf die Gesamtmasse der Suspension bezogen sind.

Eine bevorzugte Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht darin, daß als das Gefäß eine Pumpe mit angeschlossenem Vorratsbehälter eingesetzt wird.

Mit dem folgendem Beispiel wird die Erfindung noch näher erläutert.

Beispiel

Die Versuchsanordnung bestand im wesentlichen aus einem Vorratsbehälter, einer Exzentrerschneckenpumpe der Type Netzsch Mohno 2NSP30, mit welcher eine Cellulosesuspension aus dem Vorratsbehälter in einen Dünnschichtbehandlungsapparat gefördert wurde, einer Waage (Drucklast-Wägezelle, Hersteller: Phillips Wägetechnik GmbH, Hamburg, Deutschland) und einer elektronischen Regeleinrichtung, mit welcher die Pumpleistung in Abhängigkeit vom Wägeergebnis gesteuert wurde. Der Vorratsbehälter und die Exzentrerschneckenpumpe befanden sich auf der Waage, mit welcher das Gesamtgewicht des Vorratsbehälters mit angebrachter Schneckenpumpe samt enthaltener Cellulosesuspension gemessen wurde.

Die Leitung, mit welcher Cellulosesuspension aus dem Vorratsbehälter in den Dünnschichtbehandlungsapparat gefördert wurde, war naturgemäß aus flexiblem Material, sodaß das Wägeergebnis nicht beeinträchtigt wurde.

Die Cellulosesuspension wies folgende Zusammensetzung auf: Cellulose: 12,5 Masse%; N-Methylmorpholin-N-oxid: 63,5 Masse%; Wasser: 24,0 Masse%, bezogen auf die Gesamtmasse.

Die elektronische Regeleinrichtung wurde so programmiert, daß sie die Pumpenleistung derart steuern sollte, daß die Waage eine der abgepumpten Cellulosesuspension zuzuschreibenden Gewichtsabnahme von möglichst genau 300 kg/h registriert.

Zur Durchführung des Versuches wurde 18 mal die in jeweils 15 Sekunden von der Pumpe geförderte Cellulosesuspension gewogen und auf einen Suspensionsfluß der Dimension kg/h hochgerechnet. Die Ergebnisse sind in der nachfolgenden Tabelle in der Spalte "Suspensionsfluß Erfindung" angegeben.

Zum Vergleich wurde die Cellulosesuspension zwar mit der gleichen Pumpe aus dem gleichen Vorratsgefäß abgepumpt, die Pumpenleistung aber nicht erfindungsgemäß geregelt, sondern mit einem herkömmlichen induktiven Durchflußmesser (Type PROMAG, Hersteller Endress und Hauser), der der Pumpe nachgeschaltet war und die Pumpenleistung ebenfalls auf möglichst 300 kg/h regeln sollte. Es wurden in Zeitabständen von 15 Sekunden 18 Meßwerte (Suspensionsfluß in kg/h) aufgezeichnet, die in der nachfolgenden Tabelle in der Spalte "Suspensionsfluß IDM" angegeben sind.

Tabelle

Messung Nr.	Suspensionsfluß IDM	Suspensionsfluß Erfindung
1	248	291
2	236	294
3	223	300
4	240	303
5	219	300
6	246	291
7	261	300
8	245	304
9	221	298
10	232	301
11	258	303
12	234	297
13	219	291
14	238	303
15	226	293
16	240	300
17	270	304
18	224	303
Mittelwert:	237,78	298,67
Standardabweichung:	14,96	4,72

Der Tabelle ist zu entnehmen, daß erfindungsgemäß eine genauere Kontrolle bzw. Regelung des Suspensionsflusses möglich ist, als dies mit dem induktiven Durchflußmesser erreicht werden kann.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Austragen einer Suspension von zerkleinerter Cellulose in einem flüssigen wäßrigen tertiären Aminoxid aus einem Gefäß, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Gewicht der Suspension enthaltenden Gefäßes gemessen wird und mit den Abweichungen des Gewichts des Gefäßes von einem vorbestimmten Sollwert der Austrag der Suspension aus dem Gefäß geregelt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Suspension folgende Zusammensetzung aufweist:

Cellulose:	12 bis 15 Masse%;
Wasser:	18 bis 25 Masse%;
tertiäres Aminoxid:	60 bis 65 Masse%;

 wobei die Masse% auf die Gesamtmasse der Suspension bezogen sind.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß als das Gefäß eine Pumpe mit angeschlossenem Vorratsbehälter eingesetzt wird.