



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) **DD** (11) **226 310 A1**

4(51) D 01 F 2/06

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP D 01 F / 264 407 6

(22) 22.06.84

(44) 21.08.85

(71) VEB Chemiefaserkombinat Schwarza „Wilhelm Pieck“, 6822 Rudolstadt-Schwarza, Breitscheidstraße 103, DD

(72) Franz, Hartmut, Dr. Dipl.-Chem.; Maron, Reinhard, Dr. Dipl.-Chem.; Meusel, Erich, Dr. Dipl.-Chem.; Riedel, Bernd, Dr. Dipl.-Chem.; Wildner, Hans, Dr. Dipl.-Chem.; Vorbach, Dieter, Dipl.-Phys.; Schmutzler, Friedemann; John, Dieter Dipl.-Phys., DD

(54) Verfahren zur Herstellung einer hochwertigen Regeneratfaser

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung einer hochwertigen Regeneratfaser durch Verspinnen von Viskose. Ziel der Erfindung ist, ohne zusätzlichen apparativen Aufwand Fasereigenschaften zu erreichen, die den Anforderungen einer modernen Verarbeitung und gehobenen Gebrauchswertansprüchen genügen. Die Aufgabe besteht darin, die Fixierbedingungen so zu gestalten, daß ein Optimum von Naßmodul, Schlingenreißkraft und Dehnung erhalten wird. Erfindungsgemäß durchläuft das Spinnkabel nach dem Reckbad mit einem Rest-Gamma-Wert von 5–15 ein schwefelsaures Fixierbad bei einer Spannung von 5–30%, bezogen auf die Reckspannung, und einer Badtemperatur von 90–100°C, wobei die Verweilzeit des Kabels im Fixierbad 10–50 s, bevorzugt 15–20 s, beträgt. Die Fasern eignen sich für den Einsatz zur Herstellung von Garnen und textilen Flächengebilden mit baumwollähnlichen Eigenschaften.

Titel der Erfindung

Verfahren zur Herstellung einer hochwertigen Regenerat-
faser

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung einer hochwertigen Regeneratfaser mit baumwollähnlichen Eigenschaften, die die Verarbeitung zu Garnen rein oder in Mischung mit Synthefasern nach modernen Spinnverfahren gestattet.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Es ist bekannt, daß zur Herstellung von Regeneratfasern mit hoher Festigkeit, mittlerer Dehnung und hohem Naßmodul bei guter Schlingenreißkraft Viskosen mit einem Gehalt von 5 - 7 Masse% Cellulose, 5 - 7 Masse% Alkali und 33 - 40 Masse% Schwefelkohlenstoff (bezogen auf Cellulose) unter Zusatz von Modifizierungsmitteln in Spinnbäder versponnen werden, die neben Schwefelsäure und Natriumsulfat 40 - 70 g/l Zinksulfat enthalten. Die aus dem Spinnbad abgezogenen Kabel werden in einem heißen, schwefelsauren Zweitbad einer Verstreckung unterzogen, in Stapel geschnitten und

die Stapelfaser nach bekannten Methoden nachbehandelt.
(DD-PS 77 040)

Zur Vervollständigung der Regenerierung kann entweder das Kabel oder die Faser spannungslos in einem sauren Drittbad (Fixierbad) einer Nachbehandlung unterzogen werden. (DD-PS 65 005, DD-PS 32 162, US-PS 3 547 813)

Darüber hinaus ist ein Verfahren bekannt, bei dem Spinnkabel, die nach dem Recken weniger als 50 % regeneriert sind, zur Ausbildung einer starken Kräuselung vor der vollständigen Regenerierung zwischenzeitlich mit alkalischen Lösungen unter einem Spannungsnachlaß von ca. 20 - 60 % behandelt werden. (DE-OS 1 917 523)

Weiterhin ist bekannt, für die Herstellung hochwertiger Regeneratfasern in sauren Bädern und in Luft mehrstufig zu recken.

Nach DD-PS 67 540 wird ein Verfahren zur Reckung eines Spinnkabels in Luft beschrieben, das vor Eintritt in ein auf 20 - 80 °C temperiertes Säurebad noch einen Gamma-Wert von 18 - 28 besitzt. Durch dieses Säurebad wird das Kabel mit einem Nachlaß von 8 - 20 % geführt. Der Rest-Gamma-Wert des Kabels vor der sich anschließenden Regenerierungsstufe beträgt 6 - 14.

Die spannungslose Regenerierung des Kabels bzw. der Faser in einem säurehaltigen Drittbad als Fixierbad hat den Nachteil, daß bei der dabei auftretenden Relaxation Eigenschaftsverluste (Absinken des Naßmoduls, Dehnungsanstieg) zu verzeichnen sind. Ein zusätzlicher Verzug bzw. eine Behandlung des Kabels ohne Nachlaß in einem Drittbad bewirkt zwar einen Anstieg des Naßmoduls, allerdings zu Lasten der Schlingenreißkraft

und der Dehnung. Die Faser versprödet. Das zuletzt genannte Verfahren (DD-PS 67 540) hat dabei insbesondere den Nachteil, daß unter den beschriebenen Bedingungen ein nicht ausfixiertes und ausreichend regeneriertes Kabel erhalten wird, das eine zusätzliche Regenerierungsstufe erforderlich macht.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht darin, ein Verfahren zur Herstellung einer hochwertigen Regeneratfaser zu entwickeln, mit dem ohne zusätzlichen apparativen Aufwand Fasereigenschaften erreicht werden, die den Anforderungen einer modernen Verarbeitung und gehobenen Gebrauchswertansprüchen genügen.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Durch die Erfindung soll die Aufgabe gelöst werden, die im Verfahren zur Herstellung einer hochwertigen Regeneratfaser integrierte Fixierstufe so zugestalten, daß ein Optimum der gegenläufigen textilphysikalischen Eigenschaften Naßmodul einerseits sowie Schlingenreißkraft und Dehnung andererseits erhalten wird.

Erfindungsgemäß wird das Verfahren durch Verspinnen von Viskose in ein natriumsulfat- und zinksulfathaltiges, schwefelsaures Spinnbad, Verstrecken des Kabels in einem schwefelsauren Reckbad und Fixieren des Kabels in einem Fixierbad, das 1 - 5 g/l Schwefelsäure enthält, so durchgeführt, daß das Kabel das Fixierbad mit einem Rest-Gamma-Wert von 5 - 15 und einer Spannung von 5 - 30 %, bezogen auf die Reckspannung, bei einer Badtemperatur von 90 - 100 °C durchläuft. Die Badlänge ist dabei so bemessen, daß die Verweilzeit des

Kabels im Fixierbad 10 - 50 s, bevorzugt 15 - 20 s, beträgt, so daß ein Rest-Gamma-Wert von kleiner oder gleich 5 erhalten wird.

Unter diesen erfindungsgemäßen Bedingungen werden Fasern mit guten Kraft-Dehnungs-Eigenschaften im nassen Zustand, gemessen als Naßmodul, und geringer Sprödigkeit, gemessen als Schlingenreißkraft und Dehnung, erhalten. Das erfindungsgemäße Verfahren hat weiterhin den Vorteil, daß auf Grund des geringen resultierenden Rest-Gamma-Werts des fixierten Kabels eine zusätzliche kontinuierliche Regenerierungsstufe nicht erforderlich ist.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll an einem Ausführungsbeispiel bzw. Vergleichsbeispielen zum Stand der Technik erläutert werden.

Beispiel 1

Eine Viskose mit 6 Masse% Cellulose, 6 Masse% Natriumhydroxid und 34,5 Masse% Schwefelkohlenstoff wird unter Zusatz von 3 Masse% eines Modifikatorgemisches (jeweils bezogen auf Alpha-Cellulose), bestehend aus Dimethylamin, Polyäthylenglykol der Molmasse 1500 und einem alkylierten Aminoxäthylat, in ein Spinnbad von 40 °C versponnen. Das Spinnbad enthält 75 g/l Schwefelsäure, 120 g/l Natriumsulfat und 50 g/l Zinksulfat. Der Gamma-Wert der Spinnviskose beträgt 50, nach Durchlauf des Spinnbades 25.

Das aus dem Spinnbad abgezogene Kabel wird in einem Bad, das 15 g/l Schwefelsäure enthält, bei 96 °C gereckt. Das Reckverhältnis beträgt 130 %, die Reck-

spannung 60 mN/tex. Nach Austritt aus dem Verstreckbad ist der Rest-Gamma-Wert 10, die Abzugsgeschwindigkeit 30 m/min.

Danach wird das Kabel in ein drittes Bad geführt, das 5 g/l Schwefelsäure enthält und eine Temperatur von 95 °C besitzt. Die Spannung des Kabels beträgt 15 mN/tex, die Verweilzeit im Bad 20 s. Der Rest-Gamma-Wert des unter Spannung relaxierten Kabels ist 2.

Das Kabel wird in Stapel geschnitten, wie üblich nachbehandelt und getrocknet.

Die resultierenden Fasern besitzen folgende textilphysikalische Eigenschaften:

Feinheit: 0,17 tex

feinheitsbezogene Reißkraft trocken: 380 mN/tex

feinheitsbezogene Reißkraft naß: 280 mN/tex

Reißdehnung trocken: 14 %

Reißdehnung naß: 16 %

feinheitsbezogene Schlingenreißkraft: 70 mN/tex

Naßmodul: 1200 mN/tex

Beispiel 2 (Vergleichsbeispiel nach dem Stand der Technik)

Hinsichtlich der Verspinnung und Verstreckung wird verfahren wie im Beispiel 1. Das Kabel wird im dritten Bad bei einer Temperatur von 95 °C unter einer Spannung von 72 mN/tex und bei einer Verweilzeit von 20 s behandelt, geschnitten, nachbehandelt und getrocknet. Es resultieren folgende Faserwerte:

Feinheit: 0,17 tex

feinheitsbezogene Reißkraft trocken: 370 mN/tex

feinheitsbezogene Reißkraft naß: 265 mN/tex

Reißdehnung trocken: 11 %

Reißdehnung naß: 12 %

feinheitsbezogene Schlingenreißkraft: 48 mN/tex

Naßmodul: 1390 mN/tex

Beispiel 3 (Vergleichsbeispiel nach dem Stand der Technik)

Es wird verfahren wie im Beispiel 1. Das Kabel wird unmittelbar nach der Verstreckung in Stapel geschnitten, die Fasern spannungslos mit verdünnter Schwefelsäure (5 g/l) bei 96 °C, 2 Minuten lang behandelt, nachbehandelt und getrocknet. Folgende Faserwerte ergeben sich:

Feinheit: 0,17 tex

feinheitsbezogene Reißkraft trocken: 375 mN/tex

feinheitsbezogene Reißkraft naß: 270 mN/tex

Reißdehnung trocken: 16 %

Reißdehnung naß: 19 %

feinheitsbezogene Schlingenreißkraft: 85 mN/tex

Naßmodul: 950 mN/tex

Erfindungsanspruch

Verfahren zur Herstellung einer hochwertigen Regeneratfaser durch Verspinnen von Viskose in ein natriumsulfat- und zinksulfathaltiges, schwefelsaures Spinnbad, Verstrecken des Kabels in einem schwefelsauren Reckbad und Fixieren des Kabels in einem Fixierbad, das 1 - 5 g/l Schwefelsäure enthält, gekennzeichnet dadurch, daß das Kabel das Fixierbad mit einem Rest-Gamma-Wert von 5 - 15 bei einer Spannung von 5 - 30 %, bezogen auf die Reckspannung, und einer Badtemperatur von 90 - 100 °C durchläuft und die Verweilzeit des Kabels im Fixierbad 10 - 50 s, bevorzugt 15 - 20 s, beträgt.