

(19)



REPUBLIK
ÖSTERREICH
Patentamt

(10) Nummer:

AT 406 488 B

(12)

PATENTSCHRIFT

(21) Anmeldenummer: 1881/96
(22) Anmeldetag: 28.10.1996
(42) Beginn der Patentdauer: 15.10.1999
(45) Ausgabetag: 25.05.2000

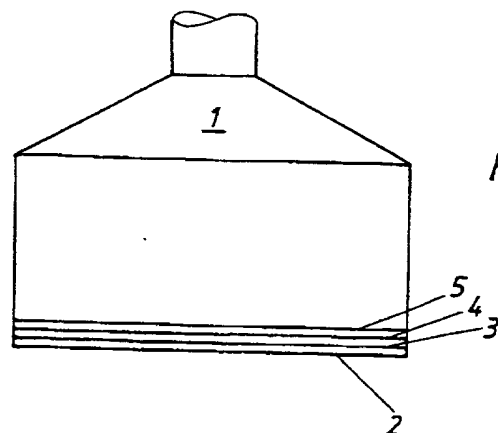
(51) Int. Cl.⁷: **D01F 2/02**
D01D 1/10

(56) Entgegenhaltungen:
DE 2830685B2 US 4134954A US 4246221A

(73) Patentinhaber:
LENZING AKTIENGESELLSCHAFT
A-4860 LENZING, OBERÖSTERREICH (AT).

(54) VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG CELLULOSISCHER FORMKÖRPER, INSBESONDERE FASERN, UND SPINNVORRICHTUNG ZUR DURCHFÜHRUNG DES VERFAHRENS

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung cellulosischer Fasern, bei welchem eine Lösung von Cellulose in einem wässrigen tertiären Aminoxid durch eine Spinnvorrichtung mit einer Spindüse extrudiert wird, und ist dadurch gekennzeichnet, daß die Celluloselösung unmittelbar vor Extrusion durch die Spindüse gemischt wird, indem sie durch mehrere Siebe (3,4,5) mit verschiedenen Maschenweiten gepreßt wird. Die Erfindung betrifft ferner eine Spinnvorrichtung mit einer Zuführung, für die zu verspinnende Celluloselösung und einer Spindüse (2) mit Spinnlöchern, und ist dadurch gekennzeichnet, daß unmittelbar vor den Spinnlöchern mehrere Siebe (3,4,5) mit verschiedenen Maschenweiten vorgesehen sind.

**AT 406 488 B**

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung cellulosischer Formkörper, insbesondere Fasern, bei welchem eine Lösung von Cellulose in einem wässrigen tertiären Aminoxid durch eine Spinnöse mit Spinnlöchern extrudiert wird. Die Erfindung betrifft ferner eine Spinnvorrichtung.

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 andere Formkörper, 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-A - 0 553 070 beschrieben. Ein Verfahren zur Herstellung formbarer Celluloselösungen ist z.B. aus der EP-A - 0 356 419 bekannt. Die Herstellung cellulosischer Formkörper unter Anwendung tertiärer Aminoxide wird allgemein als Aminoxidverfahren bezeichnet.

In der EP-A - 0 356 419 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 Spinnöse, zu Filamenten versponnen, die durch ein Fällbad geführt werden.

Es hat sich gezeigt, daß es bei der Verspinnung dieser Celluloselösungen hin und wieder zu Problemen kommt, die sich darin äußern, daß die Spinnvorrichtung an verschiedenen Stellen der Spinnöse, insbesondere bei einer kreisringförmigen Düse, schlecht spinn. Damit ist gemeint, daß es zu Spinnfehlern kommt, d.h. daß Filamente abreißen. Ferner konnte beobachtet werden, daß die versponnenen Filamente nicht alle den gleichen Titer aufweisen, sondern daß die Filamente an einigen Stellen der Spinnöse einen etwas anderen Titer hatten, als die übrigen Filamente.

Die oben beschriebenen Probleme werden umso schwerwiegender, je höher die Viskosität der Celluloselösung ist. Eine hohe Viskosität ist aber geradezu ein Charakteristikum von Lösungen von Cellulose in wässrigen tertiären Aminoxiden. Noch dazu zwingen wirtschaftliche Gründe, Spinnmassen, also Celluloselösungen, mit einer möglichst hohen Cellulosekonzentration zu verarbeiten.

Eine technische Lösung, mit der diese Probleme beim Verspinnen von Celluloselösungen überwunden werden können, wird im Stand der Technik nicht angeboten. Die Erfindung stellt sich daher die Aufgabe, ein Verfahren der eingangs erwähnten Art zur Verfügung zu stellen, welches diese Nachteile nicht aufweist.

Das erfindungsgemäße Verfahren zur Herstellung cellulosischer Formkörper, insbesondere Fasern, bei welchem eine Lösung von Cellulose in einem wässrigen tertiären Aminoxid durch eine Spinnöse mit Spinnlöchern extrudiert wird, ist dadurch gekennzeichnet, daß die Celluloselösung unmittelbar vor Extrusion durch die Spinnlöcher gemischt wird, indem sie unmittelbar vor der Extrusion durch mehrere Siebe mit verschiedenen Maschenweiten gepreßt wird.

Für die Zwecke der vorliegenden Beschreibung und der vorliegenden Patentansprüche bedeutet das Wort "unmittelbar" so nahe wie möglich der Spinnöse. Das Wort "Mischen" bedeutet jeglichen Vorgang, mit welchem das Strömungsprofil der Spinnmasse in der Spinnvorrichtung unmittelbar vor der Extrusion beeinflußt wird.

Die Beeinflussung der Strömung der Spinnmasse, also das Mischen, wird vorzugsweise ausgeführt, indem die Celluloselösung unmittelbar vor Extrusion durch mehrere Siebe gepreßt wird. Um den erfindungsgemäßen Effekt zu bewirken, müssen die Siebe einerseits so nahe der Spinnöse sein, daß die Mischwirkung bis auf die Oberfläche der Spinnöse reicht, dürfen aber andererseits nicht auf eine Weise auf die Spinnöse gelegt werden, daß die Extrusion beeinträchtigt wird. Die Versuche der Erfinder haben gezeigt, daß der erfindungsgemäße Effekt dann am wirkungsvollsten ist, wenn der Abstand zur Spinnöse kleiner als 0,5 mm, insbesondere kleiner als 0,2 mm ist.

Es hat sich gezeigt, daß die oben beschriebenen Spinnfehler u.a. auf kleine Gasbläschen in der Spinnvorrichtung zurückzuführen sind, die offenbar beim Anspinnen, also beim ersten Befüllen der Spinnvorrichtung mit Spinnmasse, gebildet werden und auch während des Spinnbetriebs nicht aus der Spinnvorrichtung verdrängt werden. Selbst der beim Spinnen üblicherweise angewendete hohe Druck vermag diese Gasbläschen nicht zu beseitigen. Die Erfindung beruht auf der Erkenntnis, daß diese Gasbläschen und damit die Spinnfehler beseitigt werden, wenn die Celluloselösung unmittelbar vor Extrusion durch die Spinndüse gemischt wird. Mit dem Mischen wird erreicht, daß das für die Spinnmasse verfügbare Volumen in der Spinnvorrichtung verringert wird. Die Fließrichtung der Spinnmasse bzw. der Volumselemente der Spinnmasse wird beim Mischen abgeändert. Dadurch wird erreicht, daß keine unbewegten Volumselemente bestehen bleiben. Insbesondere kommt es dabei auch nicht zum Festsetzen von Gasbläschen.

Es ist bevorzugt, die mehreren Siebe mit verschiedenen Maschenweiten so anzuordnen, daß die Maschenweite in Strömungsrichtung gesehen immer kleiner wird.

Die Erfindung betrifft auch eine Spinnvorrichtung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens, welche eine Zuführung für die zu verspinnende Celluloselösung und Spinnlöcher aufweist und dadurch gekennzeichnet ist, daß unmittelbar vor den Spinnlöchern mehrere Sieben mit verschiedenen Maschenweiten vorgesehen sind.

Die mehreren Siebe liegen vorzugsweise auf den Spinnlöchern auf.

Aus der WO 94/28208 ist bekannt, die Celluloselösung vor dem Verspinnen durch ein perforiertes Material, und zwar ein Filter, zu pressen. Bei diesem vorbekannten Verfahren wird jedoch eine Spinnvorrichtung verwendet, bei welcher das Filter nicht auf der Spinndüse aufliegt, sondern sich in einem relativ großen Abstand zu ihr befindet. Bei diesem vorbekannten Verfahren wird die Celluloselösung somit nicht unmittelbar vor der Extrusion durch die Spinnlöcher gemischt.

Mit der nachfolgenden Zeichnung wird eine bevorzugte Ausführungsform der erfindungsgemäßen Spinnvorrichtung näher beschrieben.

Figur zeigt schematisch eine erfindungsgemäße Spinnvorrichtung 1 im Schnitt. Die Bezugsziffer 2 bezeichnet die Spinndüse mit den Spinnlöchern (nicht dargestellt). Die Bezugsziffer 3 bezeichnet ein Sieb, welches auf der Spinndüse 2 aufliegt. Auf das Sieb 3 sind zwei weitere Siebe 4 und 5 gelegt.

Die Siebe 3 und 4 sind aus Draht mit einem Durchmesser von 50 µm gebildet, das Sieb 5 aus Draht mit einem Durchmesser von 200 µm gebildet. Die Maschenweite der Siebe 3, 4 und 5 ist 75 µm, 75 µm bzw. 315 µm.

Die Spinndüse weist 28500 Spinnlöcher mit einem Durchmesser von 100 µm auf.

Es hat sich gezeigt, daß die Verwendung der in der Figur dargestellten Ausgestaltung der erfindungsgemäßen Spinnvorrichtung ein Verspinnen von Celluloselösungen gestattet, ohne daß es zu Spinnfehlern kommt, die jedoch auftreten, wenn aus der in der Figur gezeigten Düse die Siebe entnommen werden.

Der erfindungsgemäße Effekt ist von der Geometrie der Spinndüse unabhängig und läßt sich sogar bei Ringdüsen erzielen, bei welchen die Spinndüse die Form eines Kreisrings aufweist.

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Herstellung cellulosischer Formkörper, insbesondere Fasern, bei welchem eine Lösung von Cellulose in einem wäßrigen tertiären Aminoxid durch eine Spinndüse mit Spinnlöchern extrudiert wird, dadurch gekennzeichnet, daß die Celluloselösung unmittelbar vor Extrusion durch die Spinnlöcher gemischt wird, indem sie unmittelbar vor der Extrusion durch mehrere Siebe (3, 4, 5) mit verschiedenen Maschenweiten gepreßt wird.
2. Spinnvorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1, mit einer Zuführung für die zu verspinnende Celluloselösung und einer Spinndüse mit Spinnlöchern, dadurch gekennzeichnet, daß unmittelbar vor den Spinnlöchern mehrere Siebe (3, 4, 5) mit verschiedenen Maschenweiten vorgesehen sind.

AT 406 488 B

Hiezu 1 Blatt Zeichnungen

5

10

15

20

25

30

