



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) DD (11) 244 366 A1

4(51) D 01 F 11/02

## AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP D 01 F / 284 562 1

(22) 17.12.85

(44) 01.04.87

(71) VEB Kunstseidenwerk „Clara Zetkin“, 6603 Elsterberg, Karl-Liebknecht-Straße 29, DD

(72) Löscher, Ulrich, Dipl.-Phys. Dipl.-Ing.; Kühn, Gabriele, Dipl.-Chem.; Zerndt, Wilfried, Dipl.-Phys.; Penzel, Siegfried, Dipl.-Chem., DD

(54) Verfahren zur Nachbehandlung von kontinuierlich hergestellter Viskoseseide

(57) Das erfindungsgemäße Verfahren dient zur Erspinnung und kontinuierlichen Nachbehandlung von Viskoseseide. Ziel und Aufgabe bestehen in einer Verbesserung der Produktqualität kontinuierlich hergestellter Viskoseseide bezüglich Schrumpf, Restschwefel, Reißfestigkeit, Reißdehnung, Flusigkeit und Anfärbung bei gleichzeitiger Senkung der Fadenbruchhäufigkeit und niedrigstem Wasser- und Energieverbrauch. Erfindungsgemäß wird dies erreicht, indem die Nachbehandlung auf verschränkten Walzen nacheinander die Phasen der Koagulation, Nachzersetzung, Neutralwäsche mit Entschwefelung und Trocknung des endlosen Viskosefadens bzw. -fadenpaares umfaßt, wobei die Trocknung am Ende der Nachbehandlungsstrecke auf bikonisch gestalteten Trockenwalzenpaaren erfolgt und das Schrumpfverhalten der Viskoseseide bei der späteren textilen Weiterverarbeitung verbessert und der Fadenlauf stabilisiert wird.

## Erfindungsanspruch:

1. Verfahren zur Nachbehandlung von kontinuierlich hergestellter Viskoseseide auf Kontinuespinnmaschinen mit verschränkten Walzenpaaren bei nacheinander erfolgender Koagulation, Nachzersetzung, Neutralwäsche mit Entschwefelung und Trocknung des endlosen Viskoseseidenfadens bzw. -fadenpaares, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Länge der Koagulationszone für den Fadenlauf mit anhaftendem Spinnbad 350–450 mm, vorzugsweise 400–420 mm beträgt, die Nachzersetzung bei einer Temperatur von 80–90°C, vorzugsweise 85°C, bei einer Schwefelsäurekonzentration von 1,0 bis 2,5 Ma.-%, vorzugsweise 1,6 Ma.-%, bei einer Natriumsulfatkonzentration kleiner 1,5 Ma.-% und einer Länge der Nachzersetzungszone von 250–350 mm, vorzugsweise 290–310 mm, die Neutralwäsche mit Weichwasser bei einer Temperatur von 75–85°C, vorzugsweise 80°C, und einer Länge der Neutralwaschzone von 360–440 mm, vorzugsweise 390–420 mm, und die Trocknung des Viskoseseidenfadens bzw. -fadenpaares auf bikonischen Trockenwalzen bei einer Oberflächentemperatur von 60–120°C, abhängig von der Abzugsgeschwindigkeit und vom Fadentiter, erfolgt.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß das Nachzersetzungsbad im Kreislauf betrieben wird und die Aufgabe der Waschbäder in mindestens zwei Teilströmen über die Gesamtlänge der Nachbehandlungszonen bei Ausschluß jeglicher Badvermischung erfolgt.

## Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur kontinuierlichen Nachbehandlung frisch ersponnener Viskoseseide im Titerbereich 6,8 tex bis 34 tex, die danach hauptsächlich in Webereien zu Futterstoffen und in Wirkereien zu Untertrikotagen verarbeitet wird.

## Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Es ist allgemein bekannt, daß Viskoseseide im kontinuierlichen Spinnverfahren mit den Prozeßstufen Erspinnen, Nachbehandeln, Trocknen und Zwirnen hergestellt wird, wobei die Nachbehandlung auf verschränkten Walzenpaaren erfolgt. Dazu wird der frisch ersponnene Viskoseseidenfaden in Schraubenwindungen über das Walzenpaar gefördert und im fortlaufenden Arbeitsgang durch Berieseln der Walzenoberfläche mit speziellen Badflüssigkeiten gewaschen und nachbehandelt, dann anschließend über eine beheizte Trockenwalze geleitet und schließlich unter Zwirnen aufgewickelt. In der DE-OS 3 100 293 wird ein Verfahren beschrieben, bei dem der Viskoseseidenfaden nach dem Koagulieren und Strecken in zwei Stufen in einem sauren Nachbehandlungsbad regeneriert wird, wobei die erste Regenerierungsstufe bei einer höheren Temperatur als die zweite Stufe durchgeführt wird. An die Regenerierung sind mindestens eine Waschstufe und die übrigen konventionellen Nachbehandlungen mit Ausnahme der klassischen Laugeentschwefelung angeschlossen. Die so nachbehandelte Viskoseseide ist zwar vollständig nachzersetzt, jedoch ist das Gesamteigenschaftsspektrum der Seide in textiltechnologischer Hinsicht nicht befriedigend.

Weiterhin wird in der DE-OS 3 100 368 eine zweistufige Nachkoagulation vorgeschlagen, die eine erhöhte Behandlungsgeschwindigkeit erlaubt, aber zu einer Beeinträchtigung der Spinnbarkeit und zu verstärkter Flusenbildung führt.

## Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, für kontinuierlich ersponnene Viskoseseide auf Kontinuespinnmaschinen mit verschränkten Walzenpaaren ein Nachbehandlungsverfahren zu entwickeln, das eine hohe Produktqualität bezüglich Schrumpfung, Restschwefel, Reißfestigkeit, Reißdehnung, Flusigkeit und Gleichmäßigkeit der Anfärbung sichert und bei voller Ausnutzung der Leistungsfähigkeit durch hohe Spinnbarkeit und niedrige Fadenbruchhäufigkeit einen wirtschaftlichen Betrieb bei niedrigstem Wasser- und Energieverbrauch ermöglicht.

## Darlegung des Wesens der Erfindung

Aufgabe der Erfindung ist es, ein Verfahren zu schaffen, bei welchem durch einen gezielten Auftrag der einzelnen Nachbehandlungsbäder auf den frisch ersponnenen, noch nicht auskoagulierten Viskoseseidenfaden eine vollständige Nachzersetzung, Neutralisation mit Entschwefelung und Trocknung erfolgt, so daß keine Beeinträchtigung des Endproduktes in seiner Qualität auftritt und gleichzeitig eine hohe Spinnbarkeit durch stabilen Fadenlauf bei niedrigstem Wasser- und Energieverbrauch erreicht wird.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß man das Verfahren zur Nachbehandlung von kontinuierlich hergestellter Viskoseseide auf Kontinuespinnmaschinen mit verschränkten Walzenpaaren bei nacheinander erfolgender Koagulation, Nachzersetzung, Neutralwäsche mit Entschwefelung und Trocknung des endlosen Viskoseseidenfadens bzw. -fadenpaares so durchführt, daß die Länge der Koagulationszone für den Fadenlauf mit anhaftendem Spinnbad 350–450 mm, vorzugsweise 400–420 mm beträgt, die Nachzersetzung bei einer Temperatur von 80 bis 90°C, vorzugsweise 85°C, bei einer Schwefelsäurekonzentration von 1,0 bis 2,5 Ma.-%, vorzugsweise 1,6 Ma.-%, bei einer Natriumsulfatkonzentration kleiner 1,5 Ma.-% und einer Länge der Nachzersetzungszone von 250–350 mm, vorzugsweise 290–310 mm, die Neutralwäsche mit Weichwasser bei einer Temperatur von 75–85°C, vorzugsweise 80°C und bei einer Länge der Neutralwaschzone von 360–440 mm, vorzugsweise 390–420 mm, und die Trocknung des Viskoseseidenfadens auf bikonischen Trockenwalzen bei einer Oberflächentemperatur von 60–120°C, abhängig von der Abzugsgeschwindigkeit und vom Fadentiter, erfolgt.

Zweckmäßig ist es, das Nachzersetzungsbad im Kreislauf zu betreiben und die Waschbäder in mindestens zwei Teilströmen über die Gesamtlänge der Nachbehandlungszonen bei Ausschluß jeglicher Badvermischung aufzugeben.

## Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll nachstehend an einem Ausführungsbeispiel näher erläutert werden.

Bei Einsatz einer Viskose-Kontinuespinnmaschine erfolgt nach dem Auflaufen des frisch ersponnenen Fadenpaares mit einem Titer von 17 tex und einer Abzugsgeschwindigkeit von 67 m/min auf die Nachbehandlungswalzen die weitere Koagulation durch das anhaftende Spinnbad bei einer Länge der Koagulationszone von 410 mm bis zum Erreichen der Trennstelle zur Nachzersetzungsstrecke.

Nachersetzt wird das Fadenpaar durch zweifache Aufgabe von Badflüssigkeit auf die Nachzersetzungsstrecke der Unterwalze mit einer Temperatur von 85°C bei einer Schwefelsäurekonzentration von 1,6 Ma.-%, einer Natriumsulfatkonzentration nicht größer als 1,5 Ma.-% und einer Länge der Nachzersetzungszone von 305 mm bis zum Erreichen der Trennstelle zur Neutralwaschstrecke. Die Neutralwäsche mit gleichzeitiger Entschwefelung wird durch zweifache Aufgabe von Weichwasser auf die Neutralwaschstrecke der Unterwalze mit einer Temperatur von 80°C bei einer Länge der Neutralwaschzone von 405 mm bis zum Erreichen der Trockenstrecke realisiert. Die Trocknung erfolgt am Ende der gesamten Nachbehandlungsstrecke auf bikonisch geformten, 300 mm langen Trockenwalzenpaaren bei einer Oberflächentemperatur von 85°C, wodurch das Schrumpfverhalten des Fadenpaares für die spätere textile Weiterverarbeitung verbessert und der Fadenlauf über die Nachbehandlungsstrecke stabilisiert wird.

Der Vorteil des Verfahrens besteht darin, daß auch Viskoseseide, die als endloses Fadenpaar mit sehr kurzen Verweilzeiten über die Nachbehandlungsstrecke läuft, vollständig nachbehandelt wird und nur zwei kritische Badtrennstellen auf der Unterwalze erforderlich sind.

Bei Anwendung des beschriebenen kontinuierlichen Nachbehandlungsverfahrens erhält man Viskoseseide mit folgenden Produkteigenschaften:

|                                 |        |                           |
|---------------------------------|--------|---------------------------|
| Restxantogenatgehalt (%)        | ≤ 0,05 |                           |
| Restschwefelgehalt (%)          | ≤ 0,04 |                           |
| Restschrumpf (%)                | ≤ 5    | gleichmäßig über Gespinst |
| Restfeuchte (%)                 | ≤ 12   |                           |
| Reißfestigkeit trocken (mN/tex) | ≥ 160  |                           |
| Reißdehnung trocken (%)         | ≥ 18   |                           |
| Flusen (Anzahl/100 km)          | < 2    |                           |