

(12) **Österreichische Patentanmeldung**

(21) Anmeldenummer: A 1219/2012
(22) Anmeldetag: 15.11.2012
(43) Veröffentlicht am: 15.05.2014

(51) Int. Cl.: **D01F 1/02** (2006.01)

(56) Entgegenhaltungen:
DE 3317037 A1
AT 205042 B
DE 3047351 A1
DE 69024284 T2
WO 199704148 A1

(71) Patentanmelder:
Glanzstoff Bohemia s.r.o.
41017 Lovosice (CZ)

(74) Vertreter:
Haffner und Keschmann Patentanwälte GmbH
Wien

(54) **Verfahren zur Herstellung von zellulosischen Formkörpern**

(57) Bei einem Verfahren zur Herstellung von zellulosischen Formkörpern, bei welchem ein Strom einer Zellulose oder ein Zellulosederivat enthaltenden Spinnmasse (1) wenigstens einen Zusatzstoff enthält, der Strom einer Spinnvorrichtung (4) zugeführt und mittels der Spinnvorrichtung (4) zu Formkörpern, bevorzugt Fasern geformt wird, wird wenigstens ein Teil des Stroms der Spinnmasse (1) vor Erreichen der Spinnvorrichtung (4) einem Dispergierorgan zugeführt, in dem der Zusatzstoff in der Spinnmasse (1) dispergiert wird.

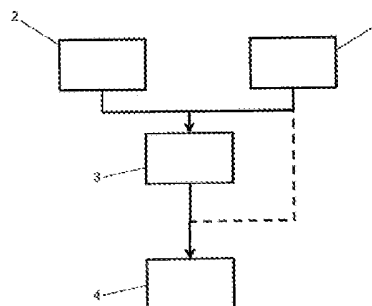


Fig. 1

019501

Zusammenfassung:

Bei einem Verfahren zur Herstellung von zellulosischen Formkörpern, bei welchem ein Strom einer Zellulose oder ein Zellulosederivat enthaltenden Spinnmasse (1) wenigstens einen Zusatzstoff enthält, der Strom einer Spinnvorrichtung (4) zugeführt und mittels der Spinnvorrichtung (4) zu Formkörpern, bevorzugt Fasern geformt wird, wird wenigstens ein Teil des Stroms der Spinnmasse (1) vor Erreichen der Spinnvorrichtung (4) einem Dispergierorgan zugeführt, in dem der Zusatzstoff in der Spinnmasse (1) dispergiert wird.

Fig. 1

010501

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von zellulosischen Formkörpern, bei welchem ein Strom einer Zellulose oder ein Zellulosederivat enthaltenden Spinnmasse wenigstens einen Zusatzstoff enthält, der Strom einer Spinnvorrichtung zugeführt und mittels der Spinnvorrichtung zu zellulosischen Formkörpern, bevorzugt Fasern geformt wird.

Die Erfindung betrifft im Weiteren eine Vorrichtung zur Durchführung dieses Verfahrens.

Unter zellulosischen Formkörpern werden im Rahmen der Erfindung insbesondere Viskosefasern verstanden, aber auch zellulosische Formkörper (Fasern, Folien, Wursthüllen etc.), die nach anderen verwandten Verfahren hergestellt wurden, wie z.B. nach dem Modalverfahren, dem Carbamatverfahren oder einem Lyocellverfahren.

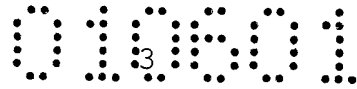
Die auf andere Zellulose regeneratverfahren übertragbare Problematik wird im Folgenden anhand des Viskosefaserprozesses näher ausgeführt.

Mit Hilfe des Viskoseverfahrens, bei welchem kurzfaserige Zellulose rohstoffe, insbesondere Chemiezellstoffe durch Alkalisierung, Vorreife der erzeugten Alkalizellulose und Sulfidierung in Zellulosexanthogenat überführt, in Natronlauge gelöst, nachgereift und in einem säurehaltigen Spinnbad zu beliebig formbaren Formkörpern, meist verspinnbaren Fasern geformt werden, ist es möglich der Faser Zusatzstoffe zuzugeben. Dies wird aus verschiedenen Gründen und mit sehr verschiedenen Substanzen gemacht. Insbesondere die Einmischung von Pigmenten zur Spinnfärbung und die Zumischung von funktionalisierenden Stoffen wie z.B. Mitteln zur Erhöhung der Feuerfestigkeit, zur Abschirmung bestimmter

Strahlungsarten, zur Erhöhung der Faserfestigkeit oder zur Steigerung des Tragekomforts sind bekannt. Die vorliegende Erfindung ist nicht auf bestimmte Zusatzstoffe beschränkt. Lediglich als Beispiel sei Titanoxid als Mattierungspigment oder phosphororganische Pigmente wie 1,3,2-Dioxaphosphorinane, 2,2'-oxybis[5,5-dimethyl]-, 2,2'-disulfide als flammhemmender Zusatzstoff genannt. Die vorliegende Erfindung ist auch nicht auf Zusatzstoffe mit einer bestimmten Partikelgröße beschränkt. So können ohne weiteres Zusatzstoffe mit einer Primärpartikelgröße kleiner 10µm, bevorzugt kleiner 5 µm verwendet werden.

Die so zugemischten Stoffe müssen eine relativ zum Fasertiter hohe Feinheit aufweisen, um die Festigkeit der erzeugten Fasern nicht zu stark zu beeinträchtigen. Aus diesem Grund ist eine gute Dispergierung der Zusatzstoffe vor dem Verspinnen notwendig, wodurch insbesondere Agglomerate in ihre Bestandteile zerlegt werden können. Diese Dispersionen müssen entweder separat in der Viskosefabrik hergestellt werden oder werden direkt vom Handel bezogen. Als Dispergiermedium wird dabei Wasser oder Lauge verwendet. Um solche wässrigen Dispersionen jedoch stabil zu halten, ist in aller Regel die gleichzeitige Zugabe von Dispergatoren (auch Dispergiermittel genannt) notwendig. Zur Gewährleistung einer ausreichenden Lagerstabilität können außerdem Stabilisatoren erforderlich werden, die insbesondere das Absetzen von Teilchen und Reagglomerieren von Bestandteilen verhindern sollen. Die so hergestellten Dispersionen werden dem Viskosestrom dann über statische oder dynamische Mischer direkt vor dem Verspinnen zugegeben.

Dieses Vorgehen ist aus mehreren Gründen unvorteilhaft. Werden die Dispersionen nicht in der Viskosefabrik, sondern



extern hergestellt, so führt dies in aller Regel dazu, dass die für die Dispergierung beim Hersteller eingesetzte große Menge Wasser über gegebenenfalls weite Strecken transportiert werden muss, was ökonomisch wie ökologisch schädlich ist. Außerdem können die zur Dispergierung verwendeten Dispergatoren und die für die Lagerstabilität erforderlichen Stabilisatoren im Faserherstellungsprozess zu Spinnproblemen führen und die Fasereigenschaften nachteilig beeinflussen. Sie reichen sich darüber hinaus im recyclierten Spinnbad an und können in der Spinnbadaufbereitung Probleme verursachen. Weiters führen Dispergatoren und Stabilisatoren potentiell zu einer höheren Umweltbelastung im Abwasser.

Werden in der Viskosefabrik hergestellte oder extern bezogene Dispersionen längere Zeit gelagert, so kann es unabhängig von einem ausreichenden Zusatz von Stabilisatoren zu Veränderungen kommen, z.B. durch Veränderung der Kristallstruktur oder Zersetzung des Zusatzstoffes in wässriger Lösung. Gegebenenfalls müssen auch Antibakterizide und Fungizide in nennenswerter Menge zugegeben werden, um eine Lagerstabilität von mehreren Monaten zu gewährleisten, die im Zuge der Verwendung dann Probleme in der dem Herstellungsprozess nachgeschalteten biologischen Abwasserreinigung verursachen können.

Auch das durch die Dispersionen in die Viskose eingebrachte zusätzliche Wasser kann im Spinnprozess Probleme verursachen, die Spinnsicherheit herabsetzen, die Fasereigenschaften verschlechtern, den Energieaufwand für die Spinnbadaufbereitung und das Abwasservolumen erhöhen. Die Verwendung von wasserbasierten Dispersionen zur Zumischung zu Spinnviskose weist demnach erhebliche ökonomische wie ökologische Nachteile auf.

010501

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, die oben beschriebenen Nachteile zu vermeiden.

Zur Lösung dieser Aufgabe sieht die Erfindung bei einem Verfahren der eingangs genannten Art vor, dass wenigstens ein Teil des Stroms der Spinnmasse vor Erreichen der Spinnvorrichtung einem Dispergierorgan zugeführt wird, in dem der Zusatzstoff in der Spinnmasse dispergiert wird. Die Dispergierung der Zusatzstoffe erfolgt somit nicht zur Gänze außerhalb der Spinnmasse, sondern direkt im Spinnmassenstrom, wodurch eine kontinuierliche Verfahrensweise ermöglicht wird. Durch das Entfallen des Erfordernisses der externen Vordispergierung müssen weder Dispergatoren, Stabilisatoren, Antibakterizide noch Fungizide zum Einsatz gelangen. Im Rahmen der Erfindung macht man sich den Umstand zunutze, dass das in der Spinnmasse enthaltene Zellulosexanthogenat ein hydrophiles Polymer darstellt, welches potentiell über Dispergatoreigenschaften verfügt und durch seine funktionellen Gruppen in der Lage ist, eine Vielzahl von Stoffen effektiv zu dispergieren.

Die Dispergierung kann dadurch noch weitere verbessert werden, dass wenigstens ein Teil des Stroms der Spinnmasse nach dem ersten Dispergiervorgang wenigstens noch ein weiteres Mal durch ein Dispergierorgan durchgeleitet wird.

Die erfindungsgemäß zu dispergierenden Zusatzstoffe sind feste Zusatzstoffe, wobei die Dispergierung in der Spinnmasse zu einer möglichst feinen Suspension führen soll.

Unter einem Dispergierorgan wird im Rahmen der Erfindung nicht ein einfacher statischer oder dynamischer Mischer

010601

verstanden. Ebenso wenig wird unter dem Vorgang des Dispergierens im Rahmen der Erfindung ein einfaches Mischverfahren verstanden. Vielmehr wird unter einem Dispergierorgan ein Aggregat verstanden, das in der Lage ist, Agglomerate des Zusatzstoffs durch Einbringen von Scherkräften in Primärteilchen zu zerteilen. In der Regel wird die Größe der Primärpartikel dabei aber nicht verändert. Insbesondere erfolgt die Dispergierung bis zur Erreichung eines Dispergiergrades, bei dem die durchschnittliche Partikelgröße (Partikeldurchmesser) des Zusatzstoffes von kleiner einem vierten Teil des Durchmessers des Formkörpers, insbesondere des Einzelfaserdurchmessers, beträgt und der Anteil der Partikel mit einem Durchmesser von gleich oder größer der Hälfte des Durchmessers des Formkörpers, insbesondere des Einzelfaserdurchmessers, (Grobkornanteil) nur einen Anteil von kleiner 1 ppm aufweisen. Der Dispergiergrad ist mittels der gebräuchlichen Messverfahren, z.B. der Laserbeugung, nicht einwandfrei bestimmbar, da der besonders störende Grobkornanteil in den geforderten besonders geringen Konzentrationen über diese Verfahren nicht erfassbar ist. Eine entsprechende Auswertung kann mitunter nur mikroskopisch am Endprodukt erfolgen.

Bei Viskose, der Lösung eines derivatisierten Polysaccharids, handelt es sich um eine potentiell scherempfindliche Polymerlösung, wobei die Viskose z.B. in ultraschallinduzierten Scherfeldern deutliche Abbauerscheinungen zeigt. Unerwarteterweise konnte jedoch in Versuchen festgestellt werden, dass die Schädigung des Polymers, etwa durch Verringerung des Polymerisationsgrades, bei einer Passage durch das erfindungsgemäß vorgesehene Dispergierorgan verhältnismäßig gering ist. Dies insbesondere dann, wenn das Dispergierorgan entsprechend einer bevorzugten

010501

Weiterbildung der Erfindung als Hochdruckhomogenisator ausgebildet ist. Eine besonders schonende Verfahrensweise gelingt bevorzugt dadurch, dass die Dispergierung beim Durchgang der Spinnmasse durch das Dispergierorgan, insbesondere den Hochdruckhomogenisator, durch ein an einer Düse erzeugtes Scherfeld erfolgt. Bevorzugt weist der Hochdruckhomogenisator eine Düse und eine stromabwärts der Düse angeordnete Prallplatte auf.

Die auf Grund der Scherkräfte allenfalls auftretende Verringerung des Polymerisationsgrades bewirkt eine Reduzierung der Festigkeitseigenschaften der hergestellten Fasern. Diese Festigkeitsverringerung wird jedoch durch die auf Grund der erfindungsgemäßen Verfahrensweise erzielbare Verbesserung der Dispergierung zumeist kompensiert oder sogar überkompensiert, sodass insgesamt ein Endprodukt geschaffen wird, das im Vergleich zum Stand der Technik gleiche oder sogar verbesserte mechanische Eigenschaften aufweist.

Dies gilt umso mehr, wenn der wenigstens eine Teil des Stroms der Spinnmasse vor dem Dispergierorgan vorgekühlt wird, um die durch die dort stattfindende Scherung bedingte Temperaturerhöhung auszugleichen und dadurch mögliche thermisch bedingte Schädigungen der zellulosischen Spinnmasse und letztlich der Faser zu verhindern. Bevorzugt wird die Spinnmasse vor dem Dispergierorgan um 2 - 20°C abgekühlt.

Die Ausbildung des Dispergierorgans als Hochdruckhomogenisator ermöglicht es, eine Vielzahl von unterschiedlichen Zusatzstoffen zur Spinnmasse zuzudosieren. Dabei kann es sich sowohl um organische wie anorganische Feststoffe handeln.

010501

Durch die Erfindung ist es möglich, eine kontinuierliche Dispergierung direkt im Strom der Spinnmasse durchzuführen, indem dem Materialstrom die Zusatzstoffe beigelegt werden bevor dieser das Dispergierorgan passiert und direkt zur Spinnvorrichtung weitergeleitet wird. Das Einbringen des Zusatzstoffes erfolgt dabei bevorzugt so, dass der Strom der Spinnmasse und ein Strom des Zusatzstoffes in dem Dispergierorgan zusammengeführt werden. Alternativ kann der Strom des Zusatzstoffes dem Strom der Spinnmasse aber auch schon vor Erreichen des Dispergierorgans zugeführt werden. Dabei kann die Zudosierung des Feststoffes auf verschiedene Art und Weise erfolgen. Gemäß einer ersten bevorzugten Vorgehensweise werden die Zusatzstoffe in fester, undispergierter Form zugeführt. Der zu dispergierende Feststoff kann in diesem Fall beispielsweise durch Zwangsförderung zugeführt werden. Dem Dispergierorgan kann in diesem Fall ein Mischorgan vorangestellt sein, welches eine gleichmäßige Verteilung des Zusatzstoffes im zu dispergierenden Stoffstrom bewirkt und die volle Wirksamkeit des Dispergierorgans gewährleistet. Gemäß einer zweiten bevorzugten Vorgehensweise werden die Zusatzstoffe in einer Dispersion zugeführt, z.B. in Form einer konzentrierten Vordispersion.

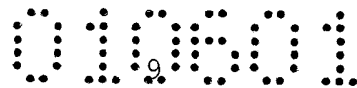
Erfindungsgemäß wird wenigstens ein Teil des Stroms der Spinnmasse vor Erreichen der Spinnvorrichtung dem Dispergierorgan zugeführt, d.h. es wird entweder der gesamte Strom der Spinnmasse durch das Dispergierorgan geführt oder nur ein Teilstrom. Dabei kann der durch das Dispergierorgan geleitete Strom oder Teilstrom abhängig von der Ausführung des Dispergierorgans wenige Liter pro Stunde bis mehrere hundert Liter pro Stunde umfassen, so dass das Verfahren auch für eine industrielle Anwendung geeignet ist. Die Platzierung

010501

des Dispergierorgans kann dabei entweder mit einer größeren Maschine am Gesamtviskosestrom für mehrere Spinnmaschinen erfolgen oder mit einer kleineren Dispergiereinheit direkt vor einzelnen Spinnmaschinen oder Spinnstellen. Erfolgt die Dispergierung nur an einem Teilstrom der Spinnmasse, so kann dieser Teilstrom nach der Dispergierung wieder mit dem Hauptstrom der Spinnmasse vereint werden. Nach der Vereinigung erfolgt bevorzugt eine Vermischung, die mit Hilfe eines einfachen Mischers, z.B. in der Form eines statischen Mischers realisiert, vorgenommen werden kann, wonach die gleichmäßig vermischten Teilströme zur Spinnvorrichtung weitergeleitet werden.

Da durch die Zumischung des zu dispergierenden Zusatzstoffes die Einbringung von Luft in die Spinnmasse möglich ist und dies durch Fehlstellen zu Problemen beim Spinnprozess führen kann, ist bevorzugt eine Entlüftung des Spinnmassenstroms nach der Zumischung der Zusatzstoffe bzw. nach erfolgter Dispergierung vorgesehen.

Die erfindungsgemäße Verfahrensweise beinhaltet mehrere verfahrenstechnische Vorteile. Durch eine direkte Dispergierung der Zusatzstoffe werden eine Verdünnung der Spinnmasse und die Einbringung von Dispergatoren vermieden. Eine Verdünnung der Spinnmasse führt aber zu veränderten Spinneigenschaften, welche nicht in jedem Fall durch die Einstellung der Spinnbedingungen, z.B. durch Änderung der Spinnbadzusammensetzung oder dessen Temperatursteuerung ausgeglichen werden können. Dadurch sind nachteilige Auswirkungen auf die mechanischen und morphologischen Eigenschaften der erzeugten Fasern nicht auszuschließen. Eine höhere Zellulosexanthogenatkonzentration in der Viskose zum Ausgleich des Verdünnungseffektes ist technologisch nur



sehr schwer realisierbar und führt potentiell ebenfalls zu anderen Fasereigenschaften, da sich dadurch z.B. die Reifebedingungen ändern.

In das System eingebrachte Dispergatoren ändern durch ihre oberflächenaktiven Eigenschaften ebenfalls die Spinneigenschaften und die technologischen Eigenschaften der erzeugten Fasern. Zudem können sie im Zuge der Regenerierung und Faserbildung in das Spinnbad gelangen. Hier können sie sich anreichern und bilden während der Spinnbadaufbereitung störende Fremdstoffe. Eine direkte Dispergierung in den Spinnmassenstrom vermeidet eine solche technologisch ungünstige Verdünnung und Kontamination. Da die Dispergiereigenschaften der Spinnmasse, insbesondere der Viskose, ausreichen, um die Stabilität der Dispersion zumindest für einen relativ kurzen Zeitraum sicher zu gewährleisten, sind durch den Verzicht auf Dispergatoren bei direkter Weiterförderung des Spinnmassenstroms zur Spinnvorrichtung keine negativen Auswirkungen zu erwarten.

Eine diskontinuierliche Dispergierung in den Spinnmassenstrom und die Zudosierung der so erzeugten Dispersion aus einem Vorratsbehälter ist insbesondere beim Viskoseverfahren nicht realisierbar, da die technologischen Eigenschaften, vor allem die Verspinnbarkeit der Spinnmasse stark zeitabhängig ist. Eine Lagerung der Spinnmasse ist nicht möglich, da sich durch Änderung des Xanthogenierungsgrades und Xanthogenierungsmusters an den Zellulosexanthogenatketten die Löslichkeitseigenschaften ändern und es schließlich zur Bildung von Gelpartikeln bzw. zum Ausfallen der Polymere aus der Lösung kommt.

010801

Ein weiterer technologischer Vorteil ergibt sich durch den durch die Erfindung möglichen Verzicht auf die Lagerung einer wässrigen Dispersion. Dadurch wird zum einen der dafür notwendige Platzbedarf eingespart, zum anderen wird eine Überlagerung der Dispersion sicher vermieden. Trotz des Einsatzes von Dispergatoren kann es nämlich bei wässrigen Dispersionen zu Alterungserscheinungen kommen welche sich durch Agglomerat- oder Aggregatbildung sowie Änderung der kristallinen Eigenschaften des dispergierten Stoffes oder dessen Abbau durch Nebenreaktionen äußern. Auch zum Absetzen bzw. zu Phasentrennungen kann es bei längerer Lagerung von fertigen Dispersionen kommen. Dem wird dann gegebenenfalls versucht durch mechanische Bewegung der Dispersion, etwa durch Rühren zu entgegenen, was jedoch kosten- und energieaufwändig ist.

Ist die Zuführung des Zusatzstoffs dennoch nicht ohne vorherige Herstellung einer Dispersion möglich, da z.B. die Fließeigenschaften oder die Benetzbarkeit dafür unvorteilhaft sind, so bietet das erfindungsgemäße Verfahren dennoch Vorteile. Da durch die Passage durch das Dispergierorgan, insbesondere den Hochdruckhomogenisator, eine erneute Dispergierung erfolgt, welche eventuell vorhandene Aggregate oder Agglomerate beseitigt, kann die Vordispergierung mit höherer Konzentration und geringerem Einsatz von Dispergatoren angesetzt werden, was aus oben beschriebenen Gründen für den Gesamtprozess vorteilhaft ist.

Das erfindungsgemäße Verfahren trägt somit insgesamt zu einer ökonomisch vorteilhaften Produktion und einer Umweltentlastung bei und ermöglicht die Produktion technologisch verbesserter Produkte.

010501

Die Erfindung sieht gemäß einem zweiten Aspekt eine Vorrichtung vor, die sich insbesondere zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens eignet. Die Vorrichtung zur Herstellung von zellulosischen Fasern umfasst einen Behälter zum Führen eines Stroms einer Zellulose enthaltenden Spinnmasse und eine Spinnvorrichtung zum Formen von Fasern aus dem zugeführten Spinnmassenstrom, und zeichnet sich dadurch aus, dass eine Aufgabevorrichtung vorgesehen ist, um dem Spinnmassenstrom oder einem Teilstrom desselben wenigstens einen Zusatzstoff zuzugeben, und dass stromabwärts der Aufgabestelle ein Dispergierorgan angeordnet ist, um den Zusatzstoff in der Spinnmasse zu dispergieren.

Bevorzugt ist das Dispergierorgan als Hochdruckhomogenisator ausgebildet. Insbesondere weist das Dispergierorgan eine von der Spinnmasse durchströmbare Düse und eine stromabwärts der Düse angeordnete Prallplatte auf.

Bevorzugt ist stromaufwärts des Dispergierorgans eine Kühlvorrichtung zum Vorkühlen der Spinnmasse angeordnet.

Die Wirksamkeit und die Einflüsse der erfindungsgemäßen Dispergierung auf Viskose wurden durch mehrere Versuche nachgewiesen.

In Tabelle 1 ist aufgezeigt, wie sich die Reife nach Hottenroth und die Viskosität, gemessen in Kugelfallsekunden, einer Viskosespinnmasse ohne Zusatzstoffe je nach der Behandlung ändern. Die Tabelle gibt in der ersten Zeile die gemessenen Werte wieder, wenn kein Homogenisator verwendet wird (0 bar), und in den nachfolgenden Zeilen diejenigen Werte, die sich bei Verwendung eines modifizierten Hochdruckhomogenisators (Fig. 2) bei verschiedenen Drücken

010801

(300, 400, 500, 600 bar) ergeben. In diesem Beispiel wurde die Viskose vor der Passage durch den Homogenisator um 5°C vorgekühlt, um die dort auftretende Erwärmung und die damit verbundenen negativen Auswirkungen auf die Viskose zu minimieren. Es zeigt sich, dass sich sowohl die Reife als auch die Viskosität nur in sehr geringem Umfang ändern, mitunter nur innerhalb der Messungenauigkeit, die z.B. bei der Reife ca. +/- 0,5 °Hott beträgt.

Druck [bar]	Temperatur [°C]	Reife [°Hott]	Viskosität [kfs]
0	21,3	13,3	99
300	25,5	13,7	95
400	26,7	13,4	95
500	28,8	13,2	95
600	28,4	12,9	97

Tabelle 1

Die Festigkeit einer Viskose ohne Zusatzstoffe nach einer einmaligen Passage durch einen modifizierten Hochdruckhomogenisator (Fig. 2) bei 500 bar, verbunden mit einem Temperaturanstieg um 3,4 °C, einem Reifeverlust von 0,3 °Hott und einem Viskositätsverlust von 7 kfs sank lediglich um 3 %.

In Tabelle 2 sind Festigkeitseigenschaften von Viskosegarnen mit einem Zusatzstoff bei unterschiedlicher Dispergierung aufgeführt. Der erste Wert bezieht sich auf eine Viskose, bei welcher die Zusatzstoffe vordispergiert wurden und anschließend der Viskosespinnmasse zugeführt und in dieser durch Rühren verteilt wurden. Bei den zwei weiteren aufgeführten Beispielen wurden die vordispergierten Zusatzstoffe der Viskosespinnmasse zugeführt und diese ein-

010501

bzw. zweimal durch einen modifizierten Hochdruckhomogenisator geleitet.

Man kann erkennen, dass die Reißfestigkeit der aus dieser Viskosespinnmasse erzeugten Garne bei zusätzlicher Dispergierung deutlich zunimmt. Dieser positive Effekt ist Ergebnis einer besseren Verteilung der Zusatzstoffe in der Spinnmasse und der zusätzlich desagglomerierenden Wirkung der Hochdruckbehandlung. Dadurch werden insbesondere auch größere Agglomerate vermieden, die aufgrund ihrer im Verhältnis zum Filamenttiter großen Abmessungen zu Schwachstellen in der Faser führen und die Gesamtfestigkeit so verringern.

	Reißfestigkeit [N]	Festigkeits- zunahme [%]	Reife [°Hott]	Druck im Homogenisator [bar]	Durchfluss- menge [l/h]
ohne Homogenisator	79,0	-	11,3	-	-
mit 1x Durchgang Homogenisator	81,1	+2,7	11,6	500	30
mit 2x Durchgang Homogenisator	84,0	+6,3	12,4	550	30

Tabelle 2

Ein Beispiel für eine erfindungsgemäße Produktion kann wie folgt gegeben werden. Spinnviskose der Reife 13,3 °H und Viskosität 118 kfs wurde mit einem Zusatzstoff versetzt und bei einem Druck von 500 bar durch einen Hochdruckhomogenisator des Typs Serendip LPN 60 durchgeführt und entlüftet. Im weiteren wurde die so behandelte Viskose dem Spinnprozess mit einer Flussrate von 375 kg/h für eine Spinnmaschine mit 36 Spinnpositionen zugeführt und entsprechend dem Continue-Verfahren in einem Zweibadverfahren zu einem Titer von 1840 dtex versponnen, gestreckt, gewaschen und getrocknet.

Die Erfindung wird nachfolgend anhand eines in der Zeichnung dargestellten Ausführungsbeispiels näher erläutert. In dieser zeigen Fig. 1 ein Verfahrensschema des erfindungsgemäßen Verfahrens und Fig. 2 eine Ausbildung des Dispergierorgans.

In Fig. 1 ist die Spinnmasse einer Viskoseherstellung schematisch mit 1 bezeichnet. Weiters ist ein Vorratsbehälter 2 für einen Zusatzstoff vorgesehen. Der Zusatzstoff wird dem Strom der Spinnmasse zugegeben und danach wird der Zusatzstoff in der Spinnmasse mittels eines Hochdruckhomogenisators 3 dispergiert. Nach dem Hochdruckhomogenisator 3 wird die mit dem dispergierten Zusatzstoff versehene Spinnmasse der Spinnvorrichtung 4 zugeführt.

Alternativ kann lediglich ein Teilstrom der Spinnmasse 1 durch den Hochdruckhomogenisator 3 geleitet werden. In diesem Fall wird der andere Teilstrom am Hochdruckhomogenisator 3 vorbei geleitet und direkt zur Spinnvorrichtung 4 geführt. Vor der Spinnvorrichtung 4 erfolgt die Vermischung des einen Teilstroms mit dem anderen Teilstrom.

Fig. 2 zeigt einen modifizierten Hochdruckhomogenisator 3. Der Homogenisator 5 weist einen Einlass auf, über den die Spinnmasse mit dem undispergierten Zusatzstoff zugeführt wird. Im Inneren des Homogenisators 5 wird die Spinnmasse durch eine Düse 6 gedrückt, wodurch Scherkräfte in die Spinnmasse eingebracht werden. Nach Austritt aus der Düse 6 trifft die Spinnmasse auf einen unmittelbar nach der Düse 6 angeordneten Prallkörper 7 bzw. eine Prallplatte auf, wodurch die Spinnmasse zur Seite abgelenkt und in den den Prallkörper 7 umgebenden Ringraum 8 geleitet wird. Über seitliche Auslassöffnungen verlässt die Spinnmasse, in welcher der

010501

Zusatzstoff nun fein dispergiert vorliegt, den Homogenisator 5.

Der im Homogenisator 5 herrschende Druck kann durch Verstellung des Prallkörpers 7 entsprechend dem Pfeil 9 eingestellt werden.

Sowohl vor als auch nach dem Homogenisator 5 können von der Spinnmasse durchströmbare Filter angeordnet sein, wobei ein gröberes Filtermaterial vor und ein feineres Filtermaterial nach dem Homogenisator 5 zum Einsatz kommt.

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Herstellung von zellulosischen Formkörpern, bei welchem ein Strom einer Zellulose oder ein Zellulosederivat enthaltenden Spinnmasse wenigstens einen Zusatzstoff enthält, der Strom einer Spinnvorrichtung zugeführt und mittels der Spinnvorrichtung zu Formkörpern, bevorzugt Fasern geformt wird, dadurch gekennzeichnet, dass wenigstens ein Teil des Stroms der Spinnmasse (1) vor Erreichen der Spinnvorrichtung (4) einem Dispergierorgan zugeführt wird, in dem der Zusatzstoff in der Spinnmasse (4) dispergiert wird und Agglomerate des Zusatzstoffes durch die Wirkung des Dispergierorgans in ihre Primärteilchen zerteilt werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass wenigstens ein Teil des Stroms der Spinnmasse (1) nach dem ersten Dispergiervorgang wenigstens noch ein weiteres Mal durch ein Dispergierorgan durchgeleitet wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass der Strom der Spinnmasse (1) und ein Strom des Zusatzstoffes in dem Dispergierorgan zusammengeführt werden.
4. Verfahren nach Anspruch 1, 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Zusatzstoffe dem Spinnmassenstrom in fester, undispergierter Form zugeführt werden.
5. Verfahren nach Anspruch 1, 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Zusatzstoffe dem Spinnmassenstrom in einer Dispersion zugeführt werden.

010601

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass der wenigstens eine Teil des Stroms der Spinnmasse (1) vor dem Dispergierorgan vorgekühlt wird.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass das Dispergierorgan als Hochdruckhomogenisator (3) ausgebildet ist.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Dispergierung beim Durchgang der Spinnmasse (1) durch das Dispergierorgan, insbesondere den Hochdruckhomogenisator (3), durch ein an einer Düse (6) erzeugtes Scherfeld erfolgt.
9. Verwendung von in Natronlauge gelöstem Zellulosexanthogenat einer Spinnmasse (1) zur Dispergierung von festen Zusatzstoffen in der Spinnmasse (1) bevor die Spinnmasse (1) einer Spinnvorrichtung (4) zugeführt wird.
10. Vorrichtung zur Herstellung von zellulosischen Formkörpern, insbesondere Fasern, umfassend einen Behälter zum Führen eines Stroms einer Zellulose enthaltenden Spinnmasse (1) und eine Spinnvorrichtung (4) zum Formen von Formkörpern, insbesondere Fasern oder Folien aus dem zugeführten Spinnmassenstrom, dadurch gekennzeichnet, dass eine Aufgabevorrichtung vorgesehen ist, um dem Spinnmassenstrom oder einem Teilstrom desselben wenigstens einen Zusatzstoff zuzugeben, und dass stromabwärts der Aufgabestelle ein Dispergierorgan angeordnet ist, um den Zusatzstoff in der Spinnmasse (1) zu dispergieren.

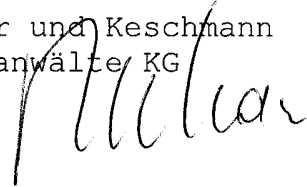
010801

11. Vorrichtung nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, dass das Dispergierorgan als Hochdruckhomogenisator (3) ausgebildet ist.
12. Vorrichtung nach Anspruch 10 oder 11, dadurch gekennzeichnet, dass das Dispergierorgan eine von der Spinnmasse durchströmbare Düse (6) und eine stromabwärts der Düse (6) angeordnete Prallplatte (7) aufweist.
13. Vorrichtung nach Anspruch 10, 11 oder 12, dadurch gekennzeichnet, dass stromaufwärts des Dispergierorgans eine Kühlvorrichtung zum Vorkühlen der Spinnmasse (1) angeordnet ist.

Wien, am 15. November 2012

Anmelder
durch:

Haffner und Keschmann
Patentanwälte KG



010601

46 201

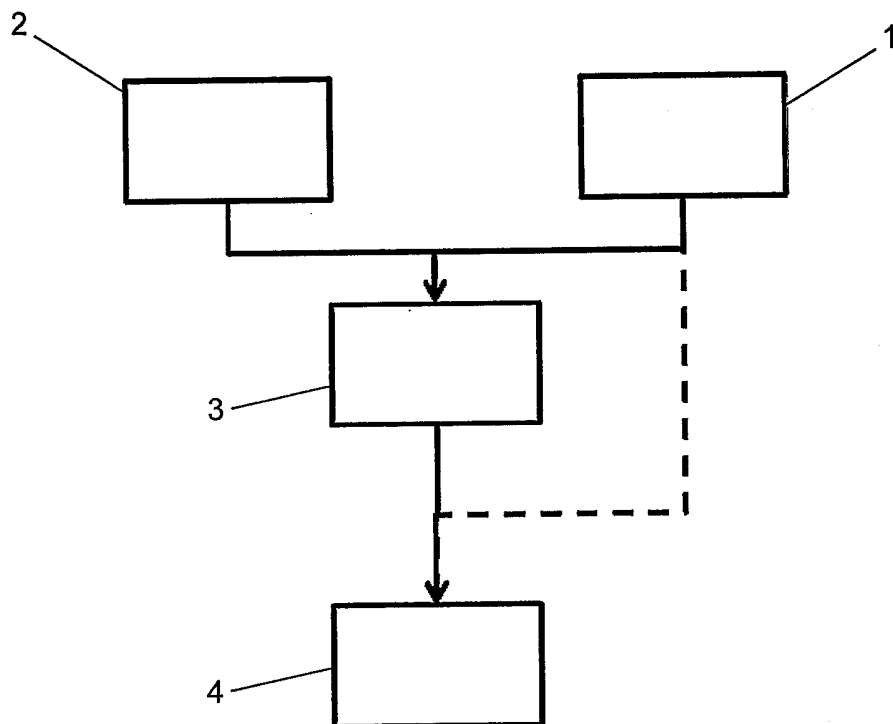


Fig. 1

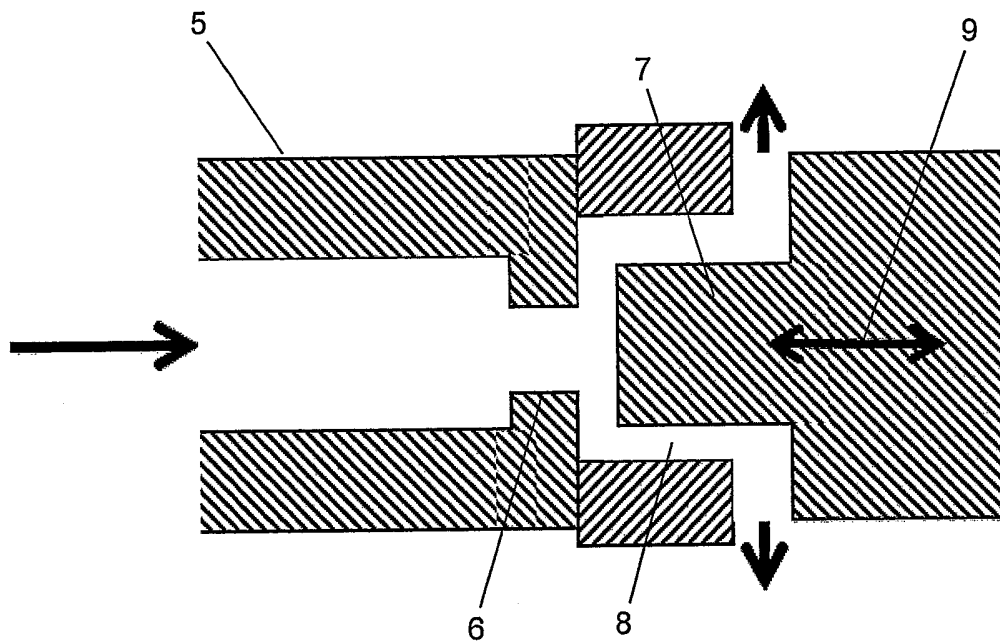


Fig. 2



Klassifikation des Anmeldungsgegenstands gemäß IPC: D01F2/20 (2006.01)		
Klassifikation des Anmeldungsgegenstands gemäß ECLA: D01F2/10		
Recherchierte Prüfstoff (Klassifikation): D01F		
Konsultierte Online-Datenbank: WPI, EPDOC, Depatisnet		
Dieser Recherchenbericht wurde zu den am 15. November 2013 eingereichten Ansprüchen 1 - 13 erstellt.		
Kategorie	Bezeichnung der Veröffentlichung: Ländercode, Veröffentlichungsnummer, Dokumentart (Anmelder), Veröffentlichungsdatum, Textstelle oder Figur soweit erforderlich	Betreffend Anspruch
Y	DE 3317037 A1 (HOECHST AG) 15. November 1984 (15.11.1984) Patentansprüche 3 - 9; Seite 11, Zeile 17 - Seite 14, Zeile 23; Seite 17, Zeilen 15 - 20.	1 - 13
Y	AT 205042 B (VEREINIGTE GLANZSTOFF-FABRIKEN AG) 25. August 1959 (25.08.1959) Seite 1, Zeile 69 - 76; Seite 2, Zeilen 63 - 79; Patentanspruch 1; Figur 3.	1 - 13
Y	DE 3047351 A1 (DEUTSCHE ITT INDUSTRIES GMBH, ITT INDUSTRIES, INC., NEW YORK, N.Y., US) 10. September 1981 (10.09.1981) Patentansprüche 3 - 9; Seite 8, Zeile 29 - Seite 10, Zeile 7; Beispiel 1.	1 - 13
Y	DE 69024284 T2 (ASAHI KASEI KOGYO K.K., OSAKA, JP) 05. September 1996 (05.09.1996) Vergleichsbeispiele 3, 4; Patentansprüche 13, 16, 17.	1 - 13
Y	WO 199704148 A1 (LENZING AKTIENGESELLSCHAFT) 06. Februar 1997 (06.02.1997) Seite 7, Zeile 31 - Seite 8, Zeile 5.	1 - 13
Datum der Beendigung der Recherche: 29. Oktober 2013		☐ Fortsetzung siehe Folgeblatt Prüfer(in): BAUMSCHAELE
Kategorien der angeführten Dokumente: X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung : der Anmel- gegenstand kann allein aufgrund dieser Druckschrift nicht als neu bzw. auf erfinderscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden. Y Veröffentlichung von Bedeutung : der Anmel- gegenstand kann nicht als auf erfinderscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren weiteren Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist. A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert. P Dokument, das von Bedeutung ist (Kategorien X oder Y), jedoch nach dem Prioritätstag der Anmeldung veröffentlicht wurde. E Dokument, das von besonderer Bedeutung ist (Kategorie X), aus dem ein älteres Recht hervorgehen könnte (früheres Anmeldedatum, jedoch nachveröffentlicht, Schutz ist in Österreich möglich, würde Neuheit in Frage stellen). & Veröffentlichung, die Mitglied der selben Patentfamilie ist.		