DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK

PATENTSCHRIFT

(12) Wirtschaftspatent

(19) DD (11) 277 286 A1

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

4(51) C 23 G 3/00

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	WP C 23 G / 322 093 7	(22)	24.11.88	(44)	28.03.90

(71) VEB Chemiefaserwerk „Herbert Warnke", Straße der Chemiearbeiter, Wilhelm-Pieck-Stadt Guben, 7560, DD
(72) Richter, Harald, Dr. Dipl.-Chem.; Dinse, Hans-Dieter, Dr. Dipl.-Chem.. DD

(54) Verfahren zur Reinigung von Düsenpaketen

(55) Verfahren, Reinigung, Düsenpakete, Auskochen, anhaftende Polyamid- und Polyesterschmelze, Düsenpaketelemente, Zeitraum, Salzschmelze, Gemisch, Masseverhältnis

(57) Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Reinigung von Düsenpaketen, die in der Chemiefaserindustrie nach erfolgtem Gebrauch erneut zum Erspinnen synthetischer Faserstoffe eingesetzt werden. Verfahren zur Reinigung von Düsenpaketen, die im zerlegten Zustand durch Auskochen von anhaftender Polyamid- und Polyesterschmelze befreit und danach weiterbehandelt werden, gekennzeichnet dadurch, daß die ausgekochten Düsenpaketelemente für einen Zeitraum von 10 bis 30 Minuten in eine aus 70 bis 90% Alkalihydrogensulfat, 15 bis 25% Ammoniumsulfat und 5 bis 15% Ammoniumfluorid bestehende Salzschmelze eingebracht werden.

ISSN 0433-6461

3 Seiten

Patentanspruch:

1. Verfahren zur Reinigung von Düsenpaketen, die im zerlegten Zustand durch Auskochen von anhaftender Polyamid- und Polyesterschmelze befreit und danach weiterbehandelt werden, **gekennzeichnet dadurch,** daß die ausgekochten Düsenpaketelemente für einen Zeitraum von 10 bis 30 Minuten in eine Salzschmelze aus 70 bis 90% Alkalihydrogensulfat, 15 bis 25% Ammoniumsulfat und 5 bis 15% Ammoniumfluorid bestehende Salzschmelze eingebracht werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch,** daß das in der Salzschmelze enthaltene Gemisch aus Alkalihydrogensulfat, Ammoniumsulfat und Ammoniumfluorid im Masseverhältnis von 15:3:1 eingesetzt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, **gekennzeichnet dadurch,** daß eine aus 70 bis 90% Kaliumpyrosulfat, 15 bis 25% Ammoniumsulfat und 5 bis 15% Ammoniumfluorid bestehende Salzschmelze eingesetzt wird.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Reinigung von Düsenpaketen, die in der Chemiefaserindustrie nach erfolgtem Gebrauch erneut zum Erspinnen synthetischer Faserstoffe eingesetzt werden.

Charakterisierung des bekannten Standes der Technik

Die Herstellung von synthetischen Faserstoffen nach dem Schmelzspinnverfahren verlangt zur Realisierung der Fadenbildung den Einsatz von Düsenpaketen, die aus der Düsenplatte, aus Stützplatten und verschiedenen Einbauelementen bestehen. Es entspricht der technologischen Erfahrung, daß nach Ablauf einer bestimmten Einsatzdauer eine Reinigung der Düsen erfolgen muß, um einen störungsfreien und qualitätsgerechten Spinnprozeß zu gewährleisten. Im Verlaufe des Einsatzes können Ablagerungen unterschiedlicher Art auf der Düsenoberfläche und in den Düsenkanälen auftreten, die die Funktionsfähigkeit der Düse beeinträchtigen beziehungsweise im Falle von Verstopfungen sogar ausschließen.
In den letzten Jahrzehnten sind eine Reihe unterschiedlicher Verfahren für das Reinigen von Spinndüsen entwickelt worden.
Zum Stand der Technik gehört die Reinigung durch Auskochen mit Mono-, Di- oder Triglykolen unter Druck.
Weiterhin ist es üblich, Spinndüsen in Salzbädern zu behandeln, die aus Gemischen von $NaNO_3/NaNO_2/NaOH/KOH$ oder $NaNO_3/NaOH$ hergestellt werden. Auch andere technologische Lösungen wurden gefunden.
In der DE-OS 2752401 wird zum Beispiel eine Reinigung mittels eines elektrisch-induktiven Verfahrens in oxidierender oder reduzierender Atmosphäre beschrieben.
Nach der DD-PS 90682 ist die Entfernung von polymeren Rückständen mit N-Methyl-pyrrolidon möglich. Es ist im allgemeinen üblich, die Wirksamkeit der Hauptreinigungsstufe durch Vor- und/oder Nachreinigungsstufen zu verbessern. Ein häufig angewandtes Vorreinigungsverfahren ist zum Beispiel das Abbrennen, eine übliche Nachreinigungsmethode das Spülen mit Lösungsmitteln oder Reagenzien unter Anwendung von Ultraschall.
Ablagerungen von anorganischen Rückständen, insbesondere TiO_2, werden von allen bekannten Verfahren auch bei mehrmaliger Anwendung nur unzureichend beseitigt oder gelöst. Dieser Nachteil tritt besonders stark in Erscheinung, wenn synthetische Faserstoffe mit hohem Gehalt an Mattierungsmitteln, sogenannten Tiefmattsortimenten, ersponnen werden. In diesem Falle sind gereinigte Düsen nicht wieder einsetzbar.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht in der Entwicklung eines einfachen mit üblichen Mitteln ausführbaren Verfahrens, welches zum vollständigen Reinigen von für die Erspinnung tiefmattierter Seide eingesetzter Düsenpakete geeignet ist.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Reinigung von Düsenpaketen zu schaffen, das es durch eine veränderte Verfahrensführung bei gleichzeitigem Einsatz einer speziellen Salzschmelze ermöglicht, ein von anorganischen Rückständen völlig freies Düsenpaket zu erhalten.
Erfindungsgemäß wird die Aufgabe durch ein Verfahren zur Reinigung von Düsenpaketen gelöst, die im zerlegten Zustand durch Auskochen von anhaftender Polyamid- und Polyesterschmelze befreit und danach weiterbehandelt werden, welches dadurch charakterisiert ist, daß die ausgekochten Düsenpaketelemente für einen Zeitraum von 10 bis 30 Minuten in eine aus 70 bis 90% Alkalihydrogensulfat, 15 bis 25% Ammoniumsulfat und 5 bis 15% Ammoniumfluorid eingebracht werden.
Das in der Salzschmelze enthaltene Gemisch aus Alkalihydrogensulfat, Ammoniumsulfat und Ammoniumfluorid wird insbesondere in einem Massenverhältnis von 15:3:1 eingesetzt. Zum Erreichen der erfindungsgemäßen Wirkung ist ebenfalls eine aus Kaliumpyrosulfat, Ammoniumsulfat und Ammoniumfluorid in der erfindungsgemäßen Konzentration zusammengesetzte Salzschmelze geeignet.
Es ist überraschend, daß durch das erfindungsgemäße Verfahren, bei dem vorher ausgekochte Düsenpaketelemente einer anschließenden Behandlung in der erfindungsgemäß zusammengesetzten Salzschmelze unterzogen werden, mit dem bloßen

Auge auf den Düsenpaketelementen, insbesondere in den Bohrungen der Düsenplatte, sichtbare anorganische Rückstände in kurzer Zeit entfernt werden und die Metalloberfläche völlig blank und rückstandsfrei erhalten wird.
Durch die gemeinsame Einwirkung des Sulfat- und Fluoridanteils wird ein kombinierter Löseeffekt erreicht, der in spezifischer Weise die Lösung anorganischer Bestandteile, insbesondere des Titandioxids, ermöglicht.
Gegenüber den bekannten Verfahren weist das erfindungsgemäße folgende Vorteile auf:
Das erfindungsgemäße Verfahren ist in jeder für das Betreiben von Salzbädern vorgesehenen Anlage durchführbar. Es ist besonders geeignet für die Reinigung von Düsenpaketen, die für die Herstellung von tiefmattierten Syntheseseiden eingesetzt werden. Die Reinigung nach dem erfindungsgemäßen Verfahren verlangt nur einen geringen Zeitaufwand. Eine aufwendige Nachreinigung ist nicht erforderlich.
Die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren gereinigten Düsenpakete sind sofort wieder einsetzbar und zeigen ein störungsfreies und unproblematisches Anlaufverhalten, das heißt, es wird sofort über alle Düsenbohrungen ein einwandfreier, gleichmäßiger Schmelzfluß erreicht, es entstehen keine abnormalen Düsenaustrittserscheinungen. Alle ausgesponnenen Filamente haben den gleichen Querschnitt.

Ausführungsbeispiele

Die Erfindung soll an einem Ausführungsbeispiel nachstehend näher erläutert werden.

Beispiel 1
Durch ein übliches Auskochverfahren von Polymermaterial befreite Düsenpaketelemente der Polyester-tiefmatt-Produktion wurden in ein Salzbad eingebracht, das aus 80 Ma.-% Kaliumpyrosulfat, 15% Ammonsulfat und 5% Ammonfluorid hergestellt wurde. Die Düsenpaketelemente wurden in der Schmelze für 15 Minuten bei 280–300°C belassen. Nach der Herausnahme wurden sie etwa 30 Minuten in warmem Wasser gespült und anschließend 30 Minuten bei 125°C getrocknet. Die Qualitätsprüfung unter dem Stereomikroskop ergab eine einwandfreie Bewertung. Beim Einsatz wurde sofort über alle Düsenbohrungen ein einwandfreier, gleichmäßigerer und zeitlich konstanter Schmelzefluß erreicht. Alle ausgesponnenen Filamente hatten keine Querschnittsdeformationen.

Beispiel 2
Durch ein übliches Auskochverfahren von Polymermaterial befreite Düsenpaketelemente der Polyamid-Feinseide-Produktion wurden in ein Salzbad eingebracht, das aus 70 Ma.-% Kaliumpyrosulfat, 25% Ammonsulfat und 5% Natriumfluorid hergestellt wurde. Die Düsen und Einbauteile wurden in der Schmelze für 15 Minuten bei 270–290°C belassen.
Nach der Herausnahme wurden sie etwa 30 Minuten in warmem Wasser gespült und anschließend 30 Minuten bei 125°C getrocknet. Die Qualitätsprüfung unter dem Stereomikroskop ergab eine einwandfreie Bewertung.
Beim Einsatz wurde sofort über alle Düsenbohrungen ein einwandfreier, gleichmäßiger und zeitlich konstanter Schmelzefluß erreicht. Alle ausgesponnenen Filamente hatten keine Querschnittsdeformationen.