DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK

PATENTSCHRIFT

(12) **Wirtschaftspatent**

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) **DD** (11) **219 223 A1**

4(51) **D 01 D 5/06**
D 01 F 2/08

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	WP C 08 B / 241 577 1	(22)	12.07.82	(44)	27.02.85

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

(72) Brünig, Helmut, Dr. Dipl.-Chem.; Henkel, Peter, Dipl.-Ing.; Balke, Rolf; Schmidt, Wolfgang; Korn, Hans, Dipl.-Ing.; Rausch, Ursula, Dipl.-Ing.; Hauser, Wolfgang, DD

(54) Verfahren zum gälettenlosen, verlustarmen Spinnen von höherwertigen Regeneratfasern

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Modifizierung des Einbadspinnverfahrens und ermöglicht die Produktion von zwei sich einander bedingender Fasertypen (Woll- und Baumwolltyp) von hoher Gleichmäßigkeit bei günstigen Rohstoff- und Energieverbräuchen. Es wird die Aufgabe gelöst, aus alkaliarmen Viskosen verbesserte Regeneratfasern zu erzeugen, indem wenig gereifte Viskose höherer Zellulosekonzentration in Spinnbäder mit wenig (Wolltyp) bzw. viel (Baumwolltyp) Zinksulfat durch Anwendung von Viellochdüsen bei geringem Verzug versponnen und sofort einer reaktionshemmenden, gestuften Behandlung unterzogen wird. Die Verstreckung erfolgt in einem Plastifizierungsbad, wobei beim Baumwolltyp das in der Regenerieranlage eingesetzte Wasser verwendet und nach Passieren der Kabelwäsche in das Spinnbadsystem geleitet wird. Das aus den Regenerieranlagen des Wolltyps anfallende Wasser wird in den ersten Nachbehandlungsstufen verwendet. Der Einsatz von Viskosemodifikatoren wird auf Grund der reaktionshemmenden Behandlung reduziert. Durch alkalisch-oxidative Aufschwemmung mit nachfolgender Sauer- und Neutralwäsche entfällt die Entschwefelungsstufe. Fig. 1

ISSN 0433-6461

13 Seiten

Titel der Erfindung

Verfahren zum galettenlosen, verlustarmen Spinnen von höherwertigen Regeneratfasern

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Modifizierung des Einbadspinnverfahrens und ermöglicht die Produktion von Fasergespinsten hoher Gleichmäßigkeit.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Die Herstellung von Regeneratfasern nach dem Einbad- und Mehrbadverfahren ist bekannt (Jährling, Die Herstellung der Zellwolle und Kunstseide - Fachbuchverlag Leipzig 1957; K. Götze, Chemiefasern nach dem Viskoseverfahren - Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, 1967). Das Einbad-Spinnen ist das am häufigsten angewendete Verfahren, weil auf Grund der einfachen Maschinenkonstruktion eine leichte Bedienbarkeit gegeben ist, durch den Einsatz von Spinnbädern hoher Schwefelsäure- und Natriumsulfatkonzentration bei Spinnbadtemperaturen von 46 - 54 ^{o}C äußerst produktive Leistungen erzielt werden und die Fasergespinste in vielen Anwendungsgebieten den Anforderungen der Textilindustrie entsprechen (K. Götze, Chemiefasern nach dem Viskoseverfahren, Bd. 1, S. 667; Bd. 2, S. 856, DD-PS 118 130).

23.AUG.1982*080875

Von qualitativem Nachteil ist jedoch, daß am Ende einer Einbad-Maschine, also am Hauptkabelabzugsorgan, ein unterschiedlicher Regenerierzustand der Einzelkabel vorliegt, da die Entfernung der ersten Spinnstelle zum Streckwerk ein mehrfaches der Entfernung der letzten Spinnstelle beträgt. Somit sind keine Voraussetzungen gegeben, eine optimale Plastifizierung und Verstreckung durchzuführen, da der zu hohe Gammawert-Abbau (Gammawert: Anzahl Mole CS_2 auf 100 Mole $C_6H_{10}O_5$) der am weitesten vom Plastifizierungsbad entfernten Spinnstellen zu Kapillarbrüchen beim Streckprozeß führt.

Die Reaktionshemmung, beispielsweise durch Einsatz von Modifikatoren, zinksulfatreichen Bädern, oder die Abkühlung des Hauptkabels führt immer nur zu einer generellen Verlangsamung des Gammawert-Abbaus. Die eigentliche Egalisierung, d.h. die Einstellung des Zersetzungsgrades in engem Toleranzbereich, gelingt nicht. (DD-PS 71 332)

Beim Mehrbad-Spinnverfahren zur Herstellung hochwertiger Regeneratfasern werden diese Nachteile in der Form aufgehoben, daß nur wenige, bis maximal 8, Einzelkabel, die zumeist unterhalb 40 °C ersponnen werden, zu einem Teilkabel vereinigt und zwischen Galettenpaaren in einem 2. Bad bei Temperaturen von 85 - 95 °C verstreckt werden. Mehrere solcher vorbehandelten Teilkabel ergeben das Hauptkabel, welches am Maschinenende vom Hauptabzugsorgan aufgenommen und der weiteren Behandlung unterzogen wird (K. Götze, Chemiefasern nach dem Viskoseverfahren, Bd. 1, S. 670, Bd. 2, S. 857; BE-PS 586 365, BE-PS 581 631, JA-A 14565/60, JA-A 168/52).

Die Anspinntechnik nach diesem Verfahren ist jedoch erschwert, der maschinentechnische Aufwand und der Platzbedarf sind hoch. Auf Grund des Erfordernisses, die

Einzel- bzw. Teilkabel in einem hochplastischen Zustand in das 2. Bad einzuführen, muß gegenüber dem Einbad-Verfahren bei reduzierter Spinngeschwindigkeit gearbeitet werden. Beim Einsatz von Regenerieranlagen für Faserkabel mit der üblichen Nachbehandlung durch Neutralwäsche und Entschwefelung entstehen Nachteile durch wenig aufgelöste Faserstapel.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht darin, Regeneratfasern herzustellen, die im Gebrauchswert zwischen normalen Einbad-Spinnfasern und hochwertigen Mehrbad-Spinnfasern einordenbar sind, ohne das Mehrbadgalettenverfahren und eine Reduzierung der Spinngeschwindigkeit in Anwendung bringen zu müssen.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Aufgabe der Erfindung ist es, einen Wolltyp (Typ W) und einen Baumwolltyp (Typ B) aus einer in der Grundzusammensetzung einheitlichen alkaliarmen Viskose herzustellen und diese Viskose bei den für Einbad-Verfahren üblichen Temperaturen zu verspinnen.

Erfindungsgemäß wird zum galettenlosen verlustarmen Spinnen von höherwertigen Regeneratfasern alkaliarme Viskose, die relativ zur Ausgangskonzentration um 6 - 10 % in der Zellulosekonzentration bei entsprechender Anhebung der Viskoseviskositäten, d.h. Aufrechterhaltung des Durchschnittspolymerisationsgrades von 290 - 320, erhöht wurde, zu zwei Drittel zum Typ W bei einer Viskosereife von 94 - 98 EZ_{30} und einer Temperatur von 48 - 52 ^{o}C in zinkarme Spinnbäder mit 84 - 88 g H_2SO_4, 320 - 340 g Na_2SO_4 und 3 - 5 g $ZnSO_4$ pro Liter, zu einem Drittel zum Typ B bei einer Viskosereife von 100 - 104

EZ_{30} und einer Temperatur von 44 - 48 °C in zinkreiche Spinnbäder mit 78 - 82 g H_2SO_4, 230 - 250 g Na_2SO_4 und 40 - 60 g $ZnSO_4$ pro Liter bei einem Verzug von 0,9 - 1,2 versponnen.

Es werden Viellochdüsen mit 20000 - 60000 Bohrungen verwendet und ein aus je 2 - 8 Spinnstellen vereinigtes Teilkabel in einer Entfernung von maximal 3 m, bezogen auf die jeweils am weitesten entfernten Spinnstelle, durch ein Waschbad geleitet, welches beim Typ W 3 - 4 Masse% H_2SO_4 bei 30 - 40 °C, beim Typ B 3 - 4 Masse% H_2SO_4 bei 20 - 25 °C enthält und in welchem durch variierbare, starre Fadenführer eine Waschstreckeneinstellung von 0,80 - 2,40 m nach dem ersten Teilkabel bis 0,40 - 1, 20 m nach dem letzten Teilkabel vorgenommen wird.

Das nach dem Gegenstromprinzip aufgebaute Verfahren der Führung der Waschflüssigkeiten wird so gestaltet, daß das vom Hauptabzugsorgan aufgenommene, egalisierte Hauptkabel bei Typ W durch eine Plastifizierungsrinne geleitet wird, welche mit Wasser von 35 - 45 °C aus den Neutralwaschstufen der Fasernachbehandlung versorgt wird. Die Durchsatzmenge wird so gestaltet, daß eine Konzentration an H_2SO_4 von 1 - 2 Masse% bei der um 20 - 30 % vorgenommenen Kabelverstreckung vorliegt.

Der Überschuß dieses Bades dient zur Versorgung des Waschbades. Der wiederum hier auftretende Badüberschuß wird in den Kanal abgestoßen.

Zur Herstellung des Typs B wird das Gegenstromwaschverfahren um eine Stufe erweitert, indem ausschließlich das 90 °C heiße Überlaufwasser der Regenerieranlagen des Typs B mit einem Gehalt von 0,5 - 1 Masse% H_2SO_4 auf 60 - 70 °C abgekühlt, in die Plastifizierungsrinne ge-

leitet und um 40 - 60 % bei einer Temperatur von 55 - 65 °C verstreckt wird. Nach Anreicherung auf 1 - 2 Masseprozent H_2SO_4 und nochmaliger Abkühlung auf 20 - 25 °C wird das Bad in den Waschbadumlauf abgegeben. Der hier entstehende Badüberschuß wird vollständig in die Spinnbadsysteme geleitet.

Die Regenerierung der entspannten Hauptkabel des Typs W oder B geschieht in bekannter Weise bei 92 - 94 °C in 0,5 - 1 %iger Schwefelsäure in einem geschlossenen Röhrensystem mit gekoppelter Schwefelkohlenstoffrückgewinnung.

Die Faserkabel des Typs W und B werden auf die erforderliche Stapellänge geschnitten und mit 65 - 75 °C heißem, neutralen bis schwach alkalischem Wasser, welches dem nachfolgenden Waschbad entnommen und mit Natronlauge versetzt wird (pH 7 - 10) und 1 - 2 Masse% Na_2SO_4, 0,02 Masse% Oxidantien, wie NaOCl oder H_2O_2, sowie die gleiche Menge waschaktiver Substanzen auf Basis von Sulfonsäureverbindungen enthält, auf die Nachbehandlungsmaschine aufgeschwemmt.

Die nachfolgende Behandlung des Fasergutes erfolgt bei 75 - 85 °C bei einer Säurekonzentration von 0,05 - 0,15 Masse% H_2SO_4, wobei diese Waschbadkonzentration und Temperatur durch Vermischen von Neutralwasser der Nachbehandlungsmaschine mit verschlepptem alkalischen Wasser der Faseraufschwemmung und heißem Überlaufwasser aus den Regenerieranlagen des Typs W erreicht wird. Anschließend erfolgt die Neutralwäsche bei 70 - 80 °C.

Das sulfidfreie Abwasser wird nach Filtration und Passieren von Wärmetauschern dem Kanal zugeführt.

Die vorzugsweise auf 30 - 35 °C erwärmte Viskose zur Herstellung des Typs B wird unmittelbar vor dem Verspinnen mit 0,2 - 0,4 Masse% Modifikator, bezogen auf den Zellulosegehalt der Viskose, versetzt, der zu gleichen Masseteilen aus oxaethylierten Fettaminen und Polyaethylenoxid besteht.

Ausführungsbeispiel (Fig. 1 und 2)

An einer 32-stelligen Einbad-Spinnmaschine mit 30 cm-Teilung für jede Spinnstelle werden 8 Spinnstellen zu 4 nebeneinanderliegenden Spinnstellen mit doppelter Leistung zusammengeschlossen und es wird beim Wolltyp von 0,42 tex mit 25000-Lochdüsen der Bohrungsweite 0,08 mm, beim Baumwolltyp von 0,13 tex mit 60000-Lochdüsen der Bohrungsweite 0,05 mm mit 40 m/min Abzugsgeschwindigkeit gesponnen.

Zum Einsatz gelangt eine Viskose, die aus 80 % Laubholz- und 20 % Nadelholzzellstoff mit ca. 91,5 % Alpha-Zellulosegehalt hergestellt wurde und die 9 Masse% Zellulose und 5,2 Masse% NaOH enthält. Die Viskosität wird im Kugelfallviskosimeter bei 80° Neigung mit 160 sec bestimmt. Der Durchschnittspolymerisationsgrad beträgt 300. Die Viskosereife wird beim Wolltyp auf 96 EZ_{30}, beim Baumwolltyp auf 102 EZ_{30} eingestellt. (Bestimmung der Elektrolytzahl EZ_{30} siehe Faserforschung und Textiltechnik 16, (1965) 5, S. 240.)

Das Spinnbad wird beim Wolltyp bei einer Temperatur von 50 °C auf 86 g H_2SO_4, 330 g Na_2SO_4 und 4 g $ZnSO_4$ pro Liter, beim Baumwolltyp bei einer Temperatur von 46 °C auf 80 g H_2SO_4, 240 g Na_2SO_4 und 50 g $ZnSO_4$ pro Liter eingestellt.

Das nach Fig. 1, welche das Verfahrensschema der Wolltypherstellung zeigt, aus vier zusammengefaßten Einzelspinnstellen mit doppelter Spinnleistung entstehende Teilkabel 1 wird über Abstreiffadenführer 2 und eine antriebslose Rolle 3 in das 2 m entfernte Waschbad 4 geleitet, wo es über starre Umlenkfadenführer und Abstreifer 5 in einer Breite von 10 cm gestuft von 1,60 m beim ersten Teilkabel bis 0,40 m beim vierten Teilkabel behandelt und abermals über eine antriebslose Rolle 6 und Fadenführer 7 als Hauptkabel 8 vereinigt wird.

Das Hauptkabel des Baumwolltyps wird über das Hauptabzugsorgan 9 und nach Fig. 2, die die spezifischen Teilschritte bei der Baumwolltypherstellung zeigt, über die Plastifizierungsrinne 10, deren Badflüssigkeit 1 - 2 Masse% H_2SO_4 enthält, zum Streckwerk 11 geleitet, wo eine kurze Kabeloberflächenkühlung durch Wasseraufsprühung nach der bei 63 °C um 50 % durchgeführten Verstreckung vorgenommen wird.

Die Verstreckung des Wolltyps wird in analoger Weise auf 25 % bei 40 °C in der Plastifizierungsrinne 10 eingestellt.

Die vollständige Regenerierung des Hauptkabels 8, verbunden mit der CS_2-Rückgewinnung bei beiden Fasertypen, wird in den Regenerieranlagen 12 bzw. 12' bei einer Säurekonzentration von 0,7 Masse% H_2SO_4 im entspannten Zustand bei 93 °C vorgenommen.

Das reaktionshemmende Waschbadumlaufsystem 13 wird beim Wolltyp auf 3,5 Masse% H_2SO_4 bei einer Temperatur von 35 °C durch Regulierung des Frischwasserzulaufes aus der Plastifizierungsrinne 10 eingestellt, die aus dem Neutralwaschbereich der Nachbehandlung 16 versorgt wird.

Das Überschußbad wird in den Kanal 14 abgestoßen.

Beim Baumwolltyp wird nach Fig. 2 das in gleicher Menge zur erzeugten Faserproduktion dieses Typs in den Regenerieranlagen 12' anfallende, 90 °C heiße Bad mit einem Gehalt von 0,7 Masse% H_2SO_4 auf 65 °C abgekühlt und in die Plastifizierungsrinne 10' geleitet. Das Überlaufbad wird nach abermaliger Abkühlung über einen Wärmetauscher 20' auf 22 °C bei 1,5 Masse% H_2SO_4 in das Waschbadumlaufsystem 13' eingetragen. Der infolge dieser Zuführung entstehende Überschuß wird vollständig in das Spinnbadumlaufsystem 21 geleitet.

Das $ZnSO_4$-arme Bad der Regenerieranlagen 12 des Wolltyps wird in das Umlaufsystem 17 der Stapelfasernachbehandlung für beide Fasertypen geleitet und durch Zuführung von 75 °C heißem Wasser der Neutralwaschzonen 16 sowie durch das am Faservlies anhaftende Aufschwemmwasser auf 80 °C bei einer H_2SO_4-Konzentration von 0,1 Masse% eingestellt.

Der Überschuß des 1 - 2 Masse% Na_2SO_4 enthaltenen sauren Bades 17 mit 0,1 Masse% H_2SO_4 wird in das Aufschwemmumlaufsystem 15 geleitet, wo nach Neutralisation mit Schwarzlauge und Zuführung von NaOCl-Lauge und waschaktiven Substanzen auf Sulfonsäurebasis ein pH-Wert von 7 - 10 und ein NaOCl-Gehalt und Gehalt an waschaktiven Substanzen von je 0,02 Masse% bei 70 °C eingestellt wird. Der Überschuß der sulfidfreien Aufschwemmflüssigkeit wird nach Passieren einer Filtereinrichtung 18 und eines Wärmetauschers 19 in den Kanal 14 geleitet.

Die erfindungsgemäße Zuführung von 0,3 Masse% Modifikator zur Viskose für die Erspinnung des Typs B geschieht in der Weise, daß die Viskose zunächst einen Wärmetauscher passiert und die verdünnte, auf 32 °C angewärmte Modifikatormischung über einen hochtourigen Mixer unmittelbar vor dem Verspinnen eingetragen wird.

Erfindungsanspruch

1. Verfahren zum galettenlosen, verlustarmen Spinnen von höherwertigen Regeneratfasern, gekennzeichnet dadurch, daß alkaliarme Viskosen verarbeitet werden, die relativ zur Ausgangskonzentration um 6 - 10 Prozent in der Zellulosekonzentration bei einem Durchschnittspolymerisationsgrad von 290 - 320 erhöht wurden und zu zwei Drittel zu einem Wolltyp bei einer Viskosereife von 94 - 98 EZ_{30} und einer Spinnbadzusammensetzung von 84 - 88 g H_2SO_4, 320 - 340 g Na_2SO_4 sowie 3 - 5 g $ZnSO_4$ pro Liter bei 48 - 52 °C, zu einem Drittel zu einem Baumwolltyp bei einer Viskosereife von 100 - 104 EZ_{30} und einer Spinnbadzusammensetzung von 78 - 82 g H_2SO_4, 230 - 250 g Na_2SO_4 sowie 40 - 60 g $ZnSO_4$ pro Liter bei 44 - 48 °C sowie einem Verzug von 0,9 - 1,2 versponnen werden, wobei ein aus zwei bis acht 20000- bis 60000-Lochdüsen erzeugtes und vereinigtes Teilkabel in einer Entfernung von maximal 3 m, bezogen auf die am weitesten entfernte Spinnstelle, durch ein Waschbad gezogen wird, welches beim Wolltyp 3 - 4 Masse% H_2SO_4 bei 30 - 40 °C, beim Baumwolltyp 3 - 4 Masse% H_2SO_4 bei 20 - 25 °C enthält und wobei die Waschstrecke variabel auf 0,80 - 2,40 m nach dem ersten Teilkabel bis 0,40 - 1,20 m nach dem letzten Teilkabel durch Fadenführer eingestellt und die anschließende Behandlung des Hauptkabels in einer

Plastifizierungsrinne bei 1 - 2 Masse% H_2SO_4, beim Wolltyp mit einer Verstreckung um 20 - 30 % bei einer Temperatur von 35 - 45 °C, beim Baumwolltyp um 40 - 60 % bei einer Temperatur von 55 - 65 °C vorgenommen wird.

2. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß das Abwasser der Regenerieranlage des Typs B durch die Plastifizierungsrinne, anschließend durch das Waschbadumlaufsystem und danach in das Spinnbadsystem geleitet wird.

3. Verfahren nach Punkt 1 und 2, gekennzeichnet dadurch, daß eine wässrige Aufschwemmung der Faserstapel vom Woll- und Baumwolltyp unter Nutzung der mit Natronlauge neutralisierten Abwässer aus den Regenerieranlagen des Wolltyps im Bereich pH 7 - 10 in Gegenwart von 0,02 Masse% Oxidantien sowie der gleichen Menge waschaktiver Substanzen auf Sulfonsäurebasis und 1 - 2 Masse% Na_2SO_4 bei 65 - 75 °C erfolgt und anschließend eine Behandlung des Faservlieses mit auf 75 - 85 °C erhitzter H_2SO_4 von 0,05 - 0,15 Masse% mit darauffolgender wässriger Neutralwäsche bei 70 - 80 °C durchgeführt wird.

4. Verfahren nach Punkt 1 bis 3, gekennzeichnet dadurch, daß der auf 30 - 35 °C erwärmten Viskose unmittelbar vor dem Erspinnen des Baumwolltyps 0,2 - 0,4 Masse% Modifikator, bezogen auf den Zellulosegehalt der Viskose, zugegeben werden, der aus gleichen Anteilen eines oxaethylierten Fettamins und eines Polyaethylenoxides besteht.

Hierzu 2 Seiten Zeichnung

12 JUL 1982 * 0216212

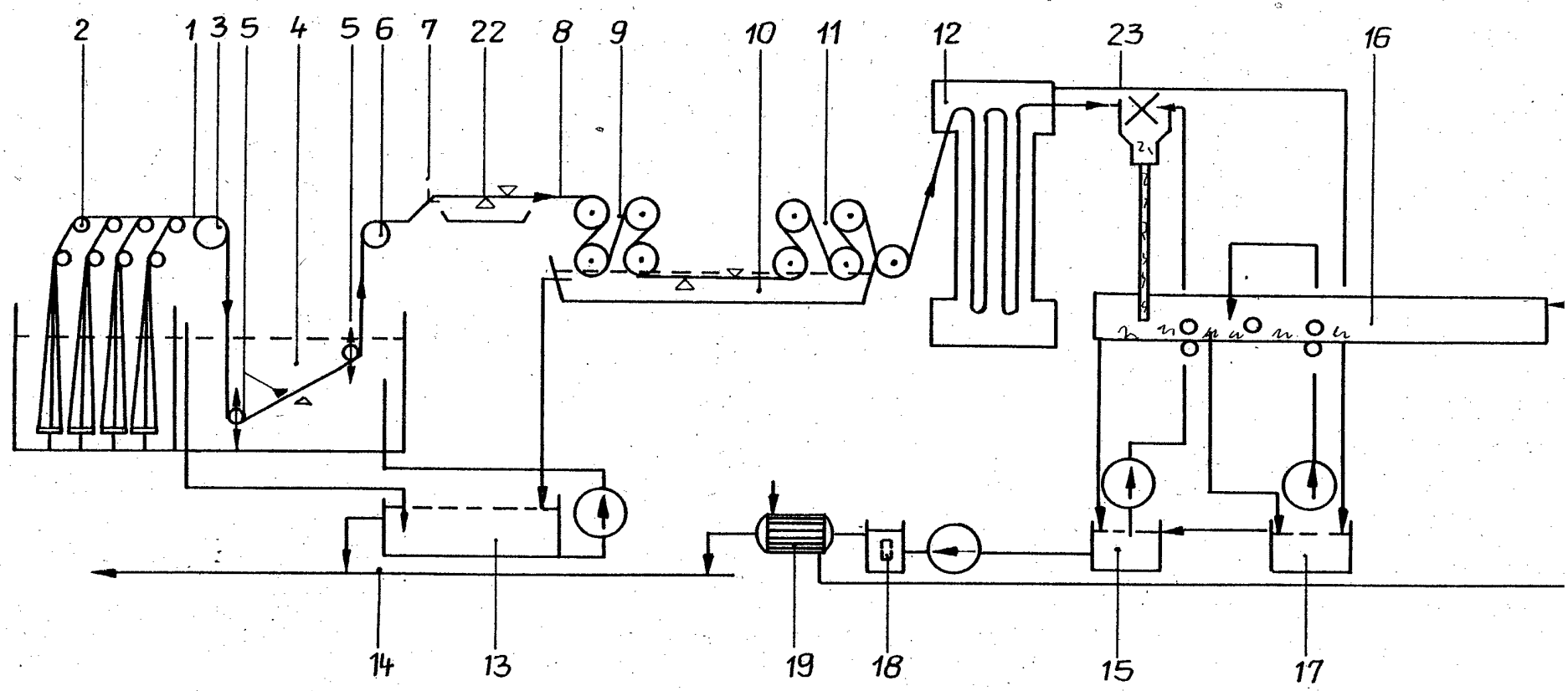

Fig. 1

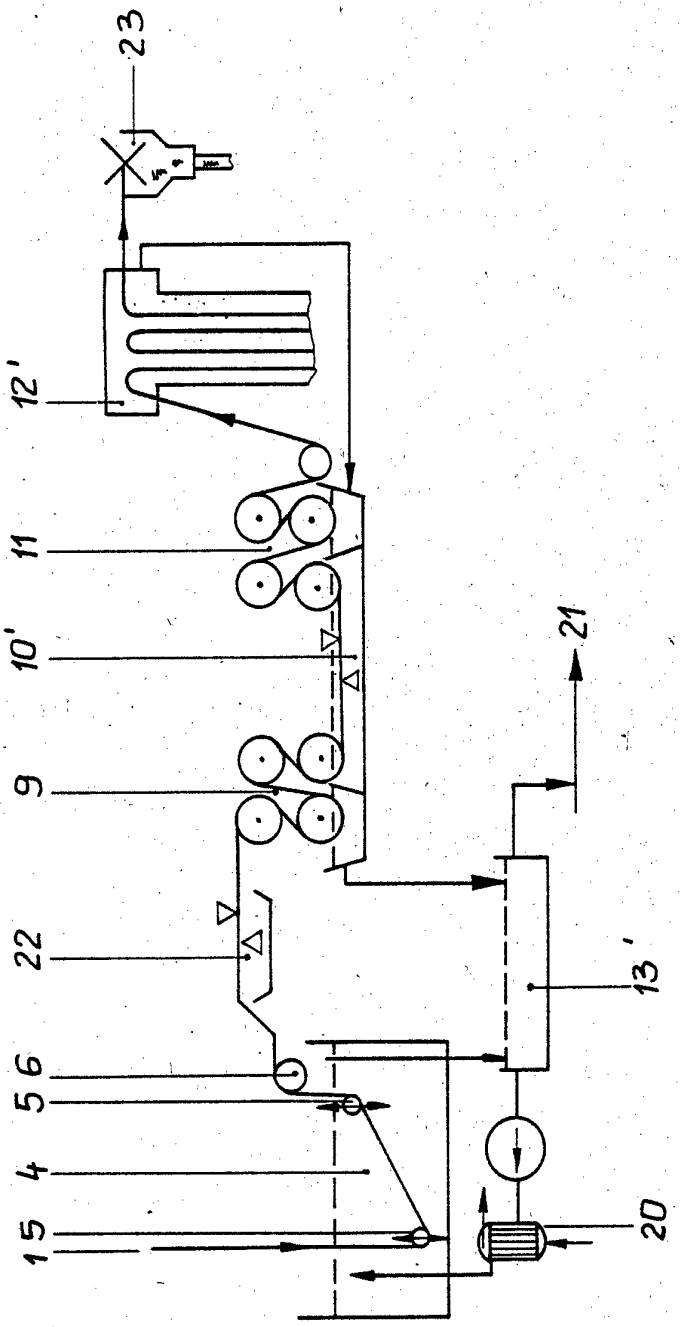

Fig. 2

12 JUL 1982*021972