

(19)



REPUBLIK
ÖSTERREICH
Patentamt

(10) Nummer:

AT 408 355 B

(12)

PATENTSCHRIFT

(21) Anmeldenummer: 1121/2000
(22) Anmeldetag: 29.06.2000
(42) Beginn der Patentdauer: 15.03.2001
(45) Ausgabetag: 26.11.2001

(51) Int. Cl.⁷: **D01F 2/02**

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

(54) VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG CELLULOSISCHER FASERN

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung cellulosischer Fasern, indem eine Lösung von Cellulose in einem tertiären Aminoxid durch Spinnlöcher einer Spinn-
düse extrudiert und die extrudierten Filamente über einen
Luftspalt unter Verzug in ein Fällbad geführt werden, wobei
die Filamente im Luftspalt der Strömung eines Gases
ausgesetzt werden. Die Erfindung ist dadurch gekennzeich-
net, daß für die Temperatur (T) des Gases vor dem Kontakt
mit den Filamenten gilt $60^{\circ}\text{C} < T < 90^{\circ}\text{C}$.

AT 408 355 B

Die Erfindung betrifft ein Verfahren gemäß dem Oberbegriff des Patentanspruches 1.

Solche Verfahren zur Herstellung cellulosischer Fasern sind unter dem Namen „Aminoxidverfahren“ oder „Lyocellverfahren“ bekannt.

„Lyocell“ ist der von der BISFA (The International Bureau for the Standardization of man made fibers) vergebene Gattungsnamen für Cellulosefasern, welche dadurch hergestellt werden, daß Cellulose ohne Ausbildung eines Derivates in einem organischen Lösungsmittel aufgelöst wird und aus dieser Lösung Fasern extrudiert werden. Unter einem organischen Lösungsmittel wird dabei ein Gemisch aus einer organischen Chemikalie und Wasser verstanden. Solche Fasern sind auch unter dem Begriff „lösungsmittelgesponnene Fasern“ bekannt. Als organisches Lösungsmittel wird heute in kommerziellem Maßstab N-Methyl-Morpholin-N-Oxid eingesetzt.

Es ist bekannt, daß die Eigenschaften von Lyocellfasern sowie die Stabilität des Spinnverfahrens maßgeblich von den Bedingungen beeinflußt werden, welche im sogenannten Luftspalt zwischen der Spinn Düse und der Fällbadoberfläche herrschen.

So ist aus der PCT-WO 93/19230 bekannt, die extrudierten Filamente unmittelbar nach dem Formen mittels eines Gasstromes zu kühlen. Im folgenden wird dieser Gasstrom als „Kühlluft“ bezeichnet. Die Temperatur der Kühlluft beträgt in den Beispielen der PCT-WO 93/19230 -6°C bis 24°C.

Die PCT-WO 94/28218 beschreibt ein ähnliches Verfahren wie die PCT-WO 93/19230. Gemäß diesem Dokument soll die Temperatur der Kühlluft unter 50°C gehalten werden.

Aus der PCT-WO 95/02082 ist ein Verfahren bekannt, gemäß dem der Spinnlochdurchmesser, der Spinnmasseausstoß pro Loch, der Titer des einzelnen Filamentes, die Breite des Luftspaltes und die Feuchte der Luft im Luftspalt mittels eines mathematischen Ausdruckes in gewissen Bereichen gehalten werden sollen. In den Beispielen der PCT-WO 95/02082 sind keine Angaben über die Temperatur der Kühlluft vorhanden. In der Beschreibung werden allgemein Temperaturen zwischen 10°C und 60°C, bevorzugt zwischen 20°C und 40°C angegeben.

Die PCT-WO 96/17118 befaßt sich mit dem Feuchtegehalt der Kühlluft. Die höchste in diesem Dokument angegebene Temperatur der Kühlluft liegt bei 40°C.

Gemäß der PCT-WO 96/21758 kann die Temperatur der Kühlluft 0°C bis 40°C betragen. In der PCT-WO 97/38153 wird die Temperatur der Kühlluft mit -10°C bis 50°C angegeben.

In der PCT-WO 98/58103 wird beschrieben, daß sich bei einer großen Anzahl von extrudierten Filamenten, d.h. bei Verwendung von Spinn Düsen mit sehr vielen Spinnlöchern, im Luftspalt ein sehr feuchtes Klima einstellt. Um die Stabilität des Spinnverfahrens auch unter diesen Bedingungen zu gewährleisten, wird in der PCT-WO 98/58103 vorgeschlagen, daß die Spinnlösung unmittelbar vor dem Verspinnen einen gewissen Anteil an Cellulose und/oder einem anderen Polymer mit einem höheren Molekulargewicht enthalten soll.

Ein Problem beim Verspinnen von Celluloselösungen in NMMO besteht darin, daß man bei Lösungen mit einer hohen Viskosität die Spinnlösung bei erhöhten Temperaturen verspinnen muß. Hohe Viskositäten der Spinnlösung ergeben sich beispielsweise dann, wenn die Cellulosekonzentration in der Lösung hoch ist, was natürlich aus ökonomischer Sicht erwünscht ist. Weiters ergeben sich hohe Viskositäten bei der Verwendung von Zellstoffen mit hohen Anteilen von hochmolekularer Cellulose.

Die Temperatur der Spinnlösung muß aber auch dann hoch gehalten werden, wenn man Fasern mit einem geringen Titer, z.B. kleiner als 1 dtex erspinnen möchte. Bei solchen Fasern müssen die Filamente im Luftspalt besonders stark verstreckt werden. Ohne Erhöhung der Temperatur der Spinnlösung wäre auch hier die Viskosität der Spinnlösung für diese Verstreckung zu hoch.

Üblicherweise sollte die Temperatur der Spinnlösung beim Verspinnen 80°C bis 120°C, insbesondere 100°C bis 120°C betragen. Da Lösungen von Cellulose in NMMO thermisch instabil sind und zu exothermen Zersetzungsreaktionen neigen, ist es aber nicht erwünscht, die Temperatur der Celluloselösung zu erhöhen.

Die vorliegende Erfindung stellt sich zur Aufgabe, ein Verfahren gemäß dem Gattungsbegriff zur Verfügung zu stellen, mit welchem Celluloselösungen von hoher Viskosität besser versponnen und Fasern mit kleinen Titern besser hergestellt werden können.

Diese Aufgabe wird dadurch gelöst, daß für die Temperatur (T) der Kühlluft vor dem Kontakt mit den Filamenten gilt $60^{\circ}\text{C} < T < 90^{\circ}\text{C}$.

Es hat sich überraschenderweise gezeigt, daß bei Verwendung von Kühlluft mit höheren Temperaturen im Bereich gemäß Patentanspruch 1 auch höherviskose Celluloselösungen gut versponnen werden können, ohne daß die Temperatur der Spinnlösung angehoben werden muß. Auch Fasern mit niedrigen Titern, z.B. 0,9 dtex, können ohne Anheben der Temperatur der Spinnlösung gut versponnen werden.

Weiters weisen Fasern, die unter Verwendung von Kühlluft mit höheren Temperaturen hergestellt werden, im Vergleich zu Fasern, die bei gleicher Temperatur der Spinnlösung unter Verwendung von Kühlluft mit geringerer Temperatur hergestellt werden, höhere Festigkeitswerte auf.

Bevorzugt weist die Kühlluft einen Feuchtegehalt von 4 g H₂O / kg Luft bis 15 g H₂O / kg Luft auf.

Insbesondere eignet sich das erfindungsgemäße Verfahren zur Herstellung von Fasern mit einem Titer von weniger als 1 dtex.

Beispiel 1:

Eine Spinnlösung mit 15 Gew.% Cellulose (Zellstoff: Cellunier F, Hersteller Fa. Rayonnier), 10 Gew.% Wasser und 75 Gew.% NMMO wurde unter Verwendung von Kühlluft mit verschiedenen Temperaturen zu Fasern versponnen.

Es wurde jeweils der minimal erreichbare Titer der Fasern gemessen: Dazu wird die maximale Abzugsgeschwindigkeit (m/min) der Fasern ermittelt, indem die Abzugsgeschwindigkeit solange gesteigert wird, bis der Faden reißt. Diese Geschwindigkeit wird notiert und zur Berechnung des Titers nach der in der PCT-WO 98/58103 beschriebenen Berechnungsmethode herangezogen.

Weiters wurde jeweils die Festigkeit der versponnenen Fasern in konditioniertem Zustand ermittelt.

Temperatur der Spinnlösung (°C)	Temperatur der Kühlluft (°C)	Minimaler Titer (dtex)	Festigkeit konditioniert (cN/tex)
100	20	2,01	38,1
100	50	1,70	38,7
100	60	1,59	40,1
100	70	1,36	39,8
100	80	1,32	40,6

Aus der Tabelle geht hervor, daß bei Temperaturen der Kühlluft von über 60°C der minimal erreichbare Titer deutlich sinkt. Weiters steigt die Festigkeit der Fasern deutlich an.

Beispiel 2:

Eine Spinnlösung mit 14,6 Gew.% Cellulose (Zellstoff Borregaard LVU); 9,5 Gew.% Wasser und 75,9 Gew.% NMMO wurde an einer kontinuierlichen Versuchsanlage zu Fasern mit einem Titer von 1,3 dtex versponnen. Es wurde bei verschiedenen Temperaturen der eingesetzten Kühlluft gemessen, welche Spinnmasstemperatur erforderlich war, um Fasern mit diesem Titer störungsfrei herstellen zu können.

Temperatur der Kühlluft (°C)	Erforderliche Spinnmasstemperatur (°C)
22	116
65	109

Aus der Tabelle geht hervor, daß es bei Verwendung von Kühlluft mit einer Temperatur von 65°C möglich ist, die Fasern bei einer deutlich geringeren Temperatur der Spinnlösung herzustellen.

Beispiel 3:

Eine Spinnlösung mit 15 Gew.% Cellulose (Zellstoff Alicell VLV; Hersteller Western Pulp) 10 Gew.% Wasser und 75 Gew.% NMMO wurde unter Verwendung von Kühlluft mit verschiedenen Temperaturen zu Fasern versponnen. Es wurden wie im Beispiel 1 beschrieben der minimal erreichbare Titer der Fasern sowie die Festigkeit der versponnenen Fasern in konditioniertem Zustand ermittelt:

Temperatur der Spinnlösung (°C)	Temperatur der Kühlluft (°C)	Minimaler Titer (dtex)	Festigkeit konditioniert (cN/tex)
100	20	1,34	37,4
100	50	1,05	39,2
100	70	0,98	40,4
100	80	0,92	39,1

Aus der Tabelle geht hervor, daß es bei Verwendung von Kühlluft mit höheren Temperaturen gut möglich ist, Fasern mit einem Titer von weniger als 1 dtex herzustellen.

PATENTANSPRÜCHE:

- Verfahren zur Herstellung cellulosischer Fasern, indem eine Lösung von Cellulose in einem tertiären Aminoxid durch Spinnlöcher einer Spinndüse extrudiert und die extrudierten Filamente über einen Luftspalt unter Verzug in ein Fällbad geführt werden, wobei die Filamente im Luftspalt der Strömung eines Gases ausgesetzt werden, dadurch gekennzeichnet, daß für die Temperatur (T) des Gases vor dem Kontakt mit den Filamenten gilt $60^{\circ}\text{C} < T < 90^{\circ}\text{C}$.
- Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Gas Luft ist.
- Verfahren gemäß Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die strömende Luft einen Feuchtegehalt von 4 g H₂O / kg Luft bis 15 g H₂O / kg Luft aufweist.
- Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß Filamente mit einem Titer von weniger als 1 dtex hergestellt werden.

KEINE ZEICHNUNG