(19) Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) Veröffentlichungsnummer: **0 030 660**
A1

(12) # EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: **80107414.7**

(51) Int. Cl.³: **B 65 D 65/40**

(22) Anmeldetag: **27.11.80**

(30) Priorität: **05.12.79 DE 2948913**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
24.06.81 Patentblatt 81/25

(84) Benannte Vertragsstaaten:
BE CH DE FR GB IT LI NL

(71) Anmelder: **BASF Aktiengesellschaft**
Carl-Bosch-Strasse 38
D-6700 Ludwigshafen(DE)

(72) Erfinder: **Rotzoll, Rudi-Heinz, Dr.**
Donnersbergstrasse 8
D-6703 Limburgerhof(DE)

(72) Erfinder: **Duffner, Paul, Dr.**
Bozener Strasse 14
D-6700 Ludwigshafen(DE)

(72) Erfinder: **Pilz, Georg**
Ahornweg 4
D-6730 Neustadt(DE)

(72) Erfinder: **Thiel, Gerhard**
Untergasse 35
D-6700 Ludwigshafen(DE)

(54) **Verwendung von Gebinden aus wasserdampfdurchlässigen, flächigen Gebilden als Verpackungsmittel für Hexamethylendiammoniumadipat.**

(57) Verwendung von Gebinden aus wasserdampfdurchlässigen flächigen Gebilden mit einem Wasseraufnahmevermögen von mindestens 8 Gew.% in 48 Stunden gemessen bei 93% relativer Luftfeuchte und 23°C als Verpackungsmittel für Hexamethylendiammoniumadipat mit einem Wassergehalt von mindestens 0,1 Gew.%.

EP 0 030 660 A1

BASF Aktiengesellschaft

Verwendung von Gebinden aus wasserdampfdurchlässigen, flächigen Gebilden als Verpackungsmittel für Hexamethylendiammoniumadipat

Hexamethylendiammoniumadipat, im folgenden AH-Salz genannt, wird in großem Umfang für die Herstellung von Polyamid-6,6 verwendet. AH-Salz wird nach modernen Verfahren durch Neutralisation einer wäßrigen Lösung von Adipinsäure mit Hexamethylendiamin hergestellt, wobei die Lösung übersättigt oder eingedampft wird und sich kristallines AH-Salz ausscheidet. Dieses wird dann abzentrifugiert und getrocknet. Die Verpackung von AH-Salz erfolgt üblicherweise in Gebinden mit einer Wasserdampfsperre um Einwirkungen von Nässe zu vermeiden. Solche Gebinde sind beispielsweise Säcke aus Polyäthylen oder andere Gebinde mit feuchtigkeitsundurchlässigen Einlagen. Es hat sich jedoch herausgestellt, daß beim Lagern von AH-Salz in solchen Gebinden dieses zu entsprechend großen Blöcken verbackt. Dies beeinträchtigt die Rieselfähigkeit bei der Weiterverwendung erheblich und es sind große Aufwendungen nötig, um so verbackenes AH-Salz wieder in einen rieselfähigen Zustand zu überführen. Es hat sich zwar herausgestellt, daß AH-Salz mit einem Wassergehalt $< 0{,}1$ Gew.-% diese Eigenschaften nicht hat. Es bedarf jedoch des Aufwandes von erheblichen Energiemengen, um AH-Salz auf einen so niedrigen Wassergehalt zu trocknen. Zudem bedarf es langer Verweilzeiten, wodurch eine Schädigung des AH-Salzes nicht auszuschließen ist.

Es war deshalb die technische Aufgabe gestellt, Verpackungsmittel für AH-Salz mit einem Wassergehalt von mindestens 0,1 Gew.-% zur Verfügung zu stellen, in denen Verbackungserscheinungen vermieden werden.

Diese Aufgabe wird gelöst durch die Verwendung von Gebinden aus wasserdampfdurchlässigen flächigen Gebilden mit einem Wasseraufnahmevermögen von mindestens 8 Gew.-% in 48 Stunden gemessen bei 93 % relativer Luftfeuchte und 23°C als Verpackungsmittel für Hexamethylendiammoniumadipat mit einem Wassergehalt von mindestens 0,1 Gew.-%.

Die erfindungsgemäßen Verpackungsmittel haben den Vorteil, daß darin gelagertes AH-Salz trotz höheren Wassergehalts rieselfähig bleibt und keine Verbackungserscheinungen zeigt. Dies ist insofern bemerkenswert, als bei der Verwendung von Säcken aus genadeltem, d.h. perforiertem Polyäthylen oder Säcken aus Geweben aus Polyäthylenfolienbändchen, die den Durchtritt von Wasserdampf jedoch nicht über die gesamte Fläche zulassen, das Verbacken von AH-Salz nicht verhindert wird. Darüberhinaus haben die Verpackungsmittel den Vorteil, daß AH-Salz unter Einsparung von Energie nicht unter einen Wassergehalt von 0,1 Gew.-% getrocknet werden muß und zudem die Möglichkeit der Schädigung von AH-Salz durch lange Trocknungszeiten vermindert wird.

Das zu verpackende AH-Salz hat einen Wassergehalt von mindestens 0,1 Gew.-%, vorzugsweise von 0,1 bis 2 Gew.-%. Besondere technische Bedeutung hat AH-Salz mit einem Wassergehalt von 0,2 bis 1,2 Gew.-%. Als Gebinde sind Behältnisse jeglicher Art, die zum Verpacken von Schüttgütern geeignet sind, zu verstehen, wie Säcke, Faltschachteln, Trommeln, Fässer oder achteckige Trommeln. Solche Gebinde werden technisch hergestellt aus flächigen Gebilden, wie ein- oder mehrlagigen Papiermassen, Vliesen oder Geweben. Die Auswahl der flächigen Gebilde für die jeweilige Verpackungsform richtet sich nach der erforderlichen Formstabilität und den erforderlichen mechanischen Eigenschaften gegenüber Verformung beim Transport.

Unter Papiermassen sind zu verstehen Papiere, Kartone oder Pappen. Solche Papiermassen werden erzeugt aus Zellstoff, der durch Aufschluß von Holz, Stroh oder anderen Zellstoff enthaltenden Rohstoffen gewonnen wurde. Geeignete Papiermassen sind auch erhältlich durch Verarbeitung von Holzschliff oder Wiederaufarbeitung von Papieren, Kartonen oder Pappen (sog. Altpapier). Die Papiermassen können die üblichen Zusatzstoffe wie Leimungsmittel, Füllmittel oder Farbe enthalten. Geeignete Papiere sind beispielsweise Kraftpapier oder gekrepptes Kraftpapier. Geeignete Pappen sind Vollpappen, wie Graupappe, Holzpappe oder Starkpappe, ferner Wellpappe, insbesondere mehrlagige Starkwellpappen. Geeignete Kartonsorten sind beispielsweise gegautschte und nichtgegautschte Kartonsorten, insbesondere Braunholzkarton aus braunem Holzschliff und Chromoersatzkarton. Geeignete Papiermassen werden beispielsweise beschrieben in Ullmanns Enzyklopädie der technischen (Chemie 1957), Band 8, Seiten 535 bis 236 sowie Band 11, (1960) Seiten 144 bis 148.

Andere geeignete flächige Gebilde sind Vliese, die durch unregelmäßige Ablagerung von Endlosfäden, wie Regeneratcellulose oder Stapelfasern, z.B. Zellstoff erhältlich sind. Solche Vliese werden dann üblicherweise mit Bindemitteln verfestigt, wobei darauf zu achten ist, daß die Wasserdampfdurchlässigkeit und das Wasseraufnahmevermögen erhalten bleibt. Solche Vliese werden vorzugsweise zur Herstellung von Säcken verwendet.

Weitere geeignete flächige Gebilde sind Gewebe, die aus gesponnenen Fasern wie Baumwolle, Zellwolle, Jute oder wiederaufgearbeiteten Geweben erhalten werden. Solche Gewebe werden vorteilhaft für die Herstellung von Säcken verwendet.

Es versteht sich, daß die flächigen Gebilde so beschaffen sein müssen, daß sie möglichst wenig Abrieb aufweisen, um eine Verunreinigung des zu transportierenden AH-Salzes zu vermeiden. Es ist auch möglich verschiedenartige flächige Gebilde in einem Verpackungsmittel zu vereinigen, z.B. solche aus Geweben mit Einstellsäcken aus Papier. Besondere technische Bedeutung als Verpackungsmittel haben mehrlagige, z.B. vier- bis sechslagige Papiersäcke, insbesondere aus Kraftpapier, ferner Trommeln oder Fässer aus Pappe oder Karton erlangt.

Erfindungsgemäß haben die flächigen Gebilde ein Wasseraufnahmevermögen von mindestens 8 % in 48 Stunden, gemessen bei 93 % relativer Luftfeuchte und 23°C. Das Wasseraufnahmevermögen wird gemessen in Anlehnung an DIN 53 428 wie folgt:

Aus dem Verpackungsmittel wird je 1 Abschnitt mit den Abmessungen 240 mm x 80 mm herausgeschnitten und im Umluftofen bei 70°C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet. (Anschließend wird das Flächengewicht in g/m^2 bestimmt) Danach werden aus den Abschnitten je 3 Proben mit den Abmessungen 80 mm x 80 mm geschnitten.

Jede Probe wird in einem gesonderten, luftdicht verschlossenen Gefäß bei 23°C und 93% rel. Luftfeuchte so gelagert, daß sie allseitig von der feuchten Luft umhüllt wird und die Gefäßwand nicht berührt. Nach jeweils 24, 48, 96, 144, 192, 216 und 240 h werden die Proben entnommen, sofort in einem verschlossenen Wägegläschen gewogen und anschließend weiter gelagert. Die Gewichtszunahme entspricht der aufgenommenen Feuchtigkeit und wird in % vom Ausgangsgewicht der Probe angegeben.

In den untersuchten Proben war die Feuchtigkeitsaufnahme bereits nach 48 Stunden abgeschlossen, danach trat keine Gewichtszunahme mehr ein. Besonders bevorzugte flächige Gebilde haben ein Wasseraufnahmevermögen von 8 bis 25 %, insbesondere 10 bis 20 Gew.-%.

Die verwendeten flächigen Gebilde müssen auch wasserdampfdurchlässig sein. Bevorzugte flächige Gebilde haben eine Wasserdampfdurchlässigkeit von 250 bis 1000 g/m^2 und Tag, gemessen bei 23°C und einem Luftfeuchtegefälle von 80 % relativer Luftfeuchte auf 0 entsprechend DIN 53 429. Besonders geeignete flächige Gebilde haben eine Wasserdampfdurchlässigkeit von 300 bis 900 g/m^2 und Tag.

Es versteht sich, daß sowohl das Wasseraufnahmevermögen als auch die Wasserdampfdurchlässigkeit über die gesamte Fläche der flächigen Gebilde gleichmäßig sein soll, abgesehen von Unterschieden die durch die Herstellung bedingt sind. Erfindungsgemäß absorbieren die flächigen Gebilde somit Wasserdampf aus dem Inneren des Gebindes und geben diesen langsam an die Umgebung nach außen ab.

AH-Salz wird zur Herstellung von Polyamid-6,6 verwendet. Der Gegenstand der Erfindung sei an folgenden Beispielen veranschaulicht. Die Rieselfähigkeit läßt sich bestimmen in der Scherzelle nach Jenike, veröffentlicht in Bulletin No. 123 der Universität Utha, Engineering Experiment. Station, 2. Auflage März 1966, Seiten 34 bis 35 und 17 nach 3 Tagen Lagerzeit bei 90 p/cm^2 Last und 40°C bis 20% rel. Luftfeuchte. Schüttgüter mit einer Scherfestigkeit >30 pond/cm^2 sind als nicht rieselfähig zu betrachten.

Beispiele / Vergleichsbeispiele

Es wurden jeweils 25 kg AH-Salz mit einem Wassergehalt von 0,6 Gew.% mit einer Temperatur von 50°C in das jeweils zu prüfende Gebinde gefüllt und 6 Wochen gelagert. Das Verpackungsmittel (flächige Gebilde), dessen Wasseraufnahmevermögen und die erzielten Ergebnisse sind aus folgender Tabelle zu entnehmen:

	Verpackungsmittel	Flächengewicht g/m^2	Wasseraufnahmevermögen bei 23°C, 93% rel.Luftfeuchte in 48 Stunden Gew.-%	Wasserdampfdurchlässigkeit $g/m^2 \cdot d$	Rieselfähigkeit nach 6 wöchiger Lagerung	Scherfestigkeit p/cm^2
Vergleichsbeispiel						
1	Polyäthylenfolie	288	< 0,1	0,37	nicht rieselfähig zusammengebacken	> 186
2	Polyamidfolie	42	3	36	nicht rieselfähig	146
3	Polypropylenbändchengewebe	110	< 0,1	∞	nicht rieselfähig	115
Beispiel						
1	Wellpappe	776	15	375	rieselfähig	15,3
2	Papiersack aus Kraftpapier 4-lagig	281	12,5	810	rieselfähig	14,8
3	Papiersack aus Kraftpapier 6-lagig	432	13,3	506	rieselfähig	14,2

Patentansprüche

1. Verwendung von Gebinden aus wasserdampfdurchlässigen flächigen Gebilden mit einem Wasseraufnahmevermögen von mindestens 8 Gew.-% in 48 Stunden gemessen bei 93 % relativer Luftfeuchte und 23°C als Verpackungsmittel für Hexamethylendiammoniumadipat mit einem Wassergehalt von mindestens 0,1 Gew.-%.

2. Verwendung von Gebinden aus flächigen Gebilden nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Wasserdampfdurchlässigkeit 250 bis 1000 g/m^2 und Tag, gemessen nach DIN 53 429 beträgt.

3. Verwendung von Gebinden aus flächigen Gebilden nach den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Wasseraufnahmevermögen 10 bis 20 Gew.-% in 48 Stunden, gemessen bei 93 % relativer Luftfeuchte und 23°C beträgt.

4. Verwendung von Gebinden nach den Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß man 4- bis 6-lagige Papiersäcke aus Kraftpapier verwendet.

5. Verwendung von Gebinden nach den Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß man Trommeln und Fässer aus Pappe oder Karton verwendet.

6. Verwendung von Gebinden nach den Ansprüchen 1 bis 5, als Verpackungsmittel für Hexamethylendiammoniumadipat mit einem Wassergehalt von 0,2 bis 1,2 Gew.-%.

Europäisches Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 80107414.7

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE

Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int Cl.³)
A	AT - B - 258 786 (CROWN ZELLERBACH C.) + Seite 1, Zeile 2 + ----		B 65 D 65/40

RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int Cl.³)

B 65 D 81/00
B 65 D 65/00
B 32 B 29/00
B 32 B 33/00

KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE

- X: von besonderer Bedeutung
- A: technologischer Hintergrund
- O: nichtschriftliche Offenbarung
- P: Zwischenliteratur
- T: der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze
- E: kollidierende Anmeldung
- D: in der Anmeldung angeführtes Dokument
- L: aus andern Gründen angeführtes Dokument
- &: Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument

X Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.

Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche	Prüfer
WIEN	11-02-1981	JANC