



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) **DD** (11) **226 573 A1**

4(51) C 08 J 3/08

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP C 08 J / 267 525 0

(22) 24.09.84

(44) 28.08.85

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

(72) Michels, Christoph, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Mertel, Horst, Dr. Dipl.-Chem.; Taeger, Eberhard, Dr. habil. Dipl.-Chem., DD

(54) Verfahren zur Herstellung homogener, konzentrierter Polymerlösungen

(57) Die Erfindung dient zur Herstellung homogener, konzentrierter Polymerlösungen aus Cellulose, N-Methylmorpholin-N-oxid (MMNO) und Wasser für die Erzeugung von Folien und Faserstoffen. Ziel und Aufgabe bestehen darin, bei niederen Temperaturen, ohne Destillation homogene, konzentrierte Celluloselösungen in guter Reproduzierbarkeit hinsichtlich der Zusammensetzung energiesparend mit geringem Arbeitsaufwand herzustellen. Erfindungsgemäß wird Cellulose in eine etwa 70 Masse%ige wässrige MMNO-Lösung im Flottenverhältnis von 1:40 bis 1:120 zwischen 20 und 70°C eingetragen und die Suspension im Scherfeld homogenisiert. Durch Zentrifugieren oder Abpressen wird das Flottenverhältnis auf 1:2,5 bis 1:7 reduziert und die Suspension in einem Extruder mit Entgasungszone bei 75 bis 120°C in eine klare Lösung überführt.

Titel der Erfindung

Verfahren zur Herstellung homogener, konzentrierter Polymerlösungen

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung homogener, konzentrierter Polymerlösungen aus Cellulose, N-Methylmorpholin-N-oxid (MMNO) und Wasser und dient in der Chemiefaser- und Plastindustrie zur Erzeugung von Faserstoffen und Folien.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Es ist bekannt, Cellulose in Schmelzen von MMNO-Monohydrat bei 85 - 110 °C zu suspendieren und zu lösen. Außerdem wird Cellulose bei Temperaturen unter 85 °C in eine Lösung, bestehend aus MMNO und einer Zweitkomponente, die für MMNO ein Lösungsmittel und für Cellulose ein Nichtlösungsmittel darstellt, eingetragen. Die Zweitkomponente wird dann bei erhöhter Temperatur unter Vakuum abdestilliert. (FR-PS 2 398 788)

Weiterhin ist bekannt, Cellulose in verdünnten, wässrigen MMNO-Lösungen bei Raumtemperatur zu suspendieren und anschließend oberhalb 85 °C unter Vakuum das über-

schüssige Wasser unter gleichzeitiger Auflösung der Cellulose abzudestillieren. (GB-PS 8 216 566, SU-PS 994 587)

Diese Verfahren verwenden Cellulosekonzentrationen von 5 bis 15 Masse% bezogen auf die Lösung. Ihnen ist gemeinsam, daß das Verhältnis von Cellulose und MMNO in der Suspension und Lösung identisch ist und zwischen 1 : 5 und 1 : 30 liegt. Das hat zur Folge, daß der Zellstoff aufbereitet und in feiner Verteilung eingetragen werden muß, damit eine homogene Suspension und Lösung entsteht.

Die Verdünnung des MMNO durch Wasser oder eine Zweitkomponente gestattet zwar eine Eintragung von Zellstoff ohne vorherige Zerkleinerung, verlangt aber die Entfernung des Wassers bzw. der Zweitkomponente aus der hochviskosen Suspension bzw. Lösung durch aufwendige Vakuumdestillation.

Mit der angestrebten steigenden Cellulosekonzentration in der Lösung würden diese Nachteile der bekannten Verfahren verstärkt hervortreten.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht in einem Verfahren zur Herstellung konzentrierter Polymerlösungen aus Cellulose, MMNO und Wasser, das sich hinsichtlich Homogenität der Lösung, Reproduzierbarkeit der Zusammensetzung sowie geringerem Energie- und Arbeitsaufwand auszeichnet.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Die Aufgabe der Erfindung besteht darin, ein Verfahren zu erarbeiten, das bei niederen Temperaturen und ohne Vakuumdestillation die Herstellung homogener, konzentrierter Polymerlösungen aus Cellulose, MMNO und Wasser gestattet.

Erfindungsgemäß wird das erreicht, indem man Cellulose in eine 65 - 75 Masse%ige wässrige MMNO-Lösung im Flottenverhältnis 1 : 40 bis 1 : 120 bei Temperaturen zwischen 20 und 70 °C einträgt und die Suspension im Scherfeld homogenisiert. Die Temperatur richtet sich dabei nach der verwendeten MMNO- und das Flottenverhältnis nach der gewünschten Cellulosekonzentration. Temperatur und Flottenverhältnis bestimmen die Viskosität der Suspension.

Anschließend wird durch Zentrifugieren oder Abpressen das Flottenverhältnis der Suspension auf 1 : 2,5 bis 1 : 7 reduziert und diese direkt oder nach Trocknung auf einen Wassergehalt von 10 - 15 Masse% (bezogen auf MMNO) in einem Extruder mit Entgasungszone bei Temperaturen zwischen 75 und 120 °C in eine klare Lösung überführt.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll nachstehend an Ausführungsbeispielen erläutert werden.

Beispiel 1

In einem Doppelmantelrührgefäß werden 9300 g 70 Masse%ige wässrige MMNO-Lösung vorgelegt, auf 45 °C erwärmt und 100 g Blattzellstoff mit 6 Masse% Feuchtegehalt eingetragen. Nach einer Quellzeit von ca. 10 Minuten

und einer Rührzeit von ca. 15 Minuten entsteht eine homogene Suspension. Die Cellulose ist bis zur Einzelfaser aufgeschlagen. Durch Zentrifugieren wird das Flottenverhältnis der Suspension von 1 : 93 auf 1 : 3,72 reduziert. Durch eine anschließende Vakuumtrocknung bei 100 °C während 1 Stunde vermindert sich der Wassergehalt der Suspension von 23,6 auf 13 Masse%. Die Trocknung ist mit einer Zerkleinerung des Materials verbunden. Die Suspension wird einem Doppelschneckenextruder mit Entgasungszone zugeführt und im Scherfeld desselben bei 80 bis 110 °C in eine klare Lösung umgewandelt.

Die Lösung hat eine Zusammensetzung von 24,8 Masse% Cellulose, 65,2 Masse% MMNO und 10,0 Masse% H₂O.

Beispiel 2

Im Doppelmantelrührgefäß analog Beispiel 1 werden 12000 g 75 Masse%ige wässrige MMNO-Lösung vorgelegt, auf 60 °C erwärmt, 100 g trockener Blattzellstoff eingetragen und nach einer Quellzeit von 10 Minuten ca. 20 Minuten gerührt. Es entsteht eine homogene Suspension, deren Flottenverhältnis durch Abpressen von 1 : 120 auf 1 : 3,1 reduziert wird. Die entstehende Masse der Zusammensetzung 24,4 Masse% Cellulose, 56,7 Masse% MMNO und 18,9 Masse% Wasser wird zerkleinert und direkt einem Doppelschneckenextruder mit Entgasungszone zugeführt, der bei Temperaturen von 80 - 115 °C die Suspension in eine Lösung umwandelt.

Die Lösung hat eine Zusammensetzung von 29 Masse% Cellulose, 62 Masse% MMNO und 9 Masse% Wasser und bildet mesomorphe Phasen.

Beispiel 3

Im Doppelmantelrührgefäß analog Beispiel 1 werden 20 kg 65 Masse%ige wässrige MMNO-Lösung vorgelegt, auf 30 °C temperiert, 425 g Zellstoff mit 6 Masse% Feuchtegehalt eingetragen und nach einer Quellzeit von 10 Minuten ca. 25 Minuten aufgeschlagen. Die homogene Suspension gelangt in eine Zentrifuge, die das Flottenverhältnis von 1 : 47 auf 1 : 6,15 reduziert. Nach Vakuumtrocknung bei 100 °C während 1,5 Stunden beträgt der Wassergehalt der Suspension 16,6 Masse%. Im Scherfeld eines Doppelschneckenextruders mit Entgasungszone wird bei Temperaturen von 80 - 110 °C die Suspension in eine klare Lösung umgewandelt.

Die Lösung hat eine Zusammensetzung von 17,8 Masse% Cellulose, 71,1 Masse% MMNO und 11,1 Masse% Wasser.

Die in den Beispielen 1 - 3 beim Zentrifugieren bzw. Abpressen anfallende MMNO-Lösung wird in das Doppelmantelrührgefäß zurückgeführt und wiederverwendet. Die Celluloselösungen lassen sich direkt zu Fäden oder Film verformen. Die Regenerierung der Cellulose erfolgt durch Wasserbehandlung.

Erfindungsanspruch

Verfahren zur Herstellung homogener, konzentrierter Polymerlösungen aus Cellulose, N-Methylmorpholin-N-oxid (MMNO) und Wasser, gekennzeichnet dadurch, daß man Cellulose in eine 65 - 75 Masse%ige wässrige MMNO-Lösung im Flottenverhältnis 1 : 40 bis 1 : 120 bei Temperaturen zwischen 20 und 70 °C einträgt, die Suspension im Scherfeld homogenisiert, durch Zentrifugieren oder Abpressen das Flottenverhältnis auf 1 : 2,5 bis 1 : 7 reduziert und die Suspension direkt oder nach Trocknung auf einen Wassergehalt von 10 - 15 Masse% (bezogen auf MMNO) in einem Extruder mit Entgasungszone bei Temperaturen zwischen 75 und 120 °C in eine Lösung überführt.