

(19) BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

PATENTCHRIFT



(12) Ausschließungspatent

(11) **DD 286 001 A5**

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1
Patentgesetz der DDR
vom 27.10.1983
in Übereinstimmung mit den entsprechenden
Festlegungen im Einigungsvertrag

5(51) D 01 F 1/02
C 08 J 3/06
B 01 J 17/16

DEUTSCHES PATENTAMT

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) DD D 01 F / 331 098 8 (22) 24.07.89 (44) 10.01.91

(71) siehe (73)

(72) Michels, Christoph, Dr. Dipl.-Chem.; Kaufmann, Siegfried, Dr. Dipl.-Ing., DD

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

(54) **Verfahren zur Herstellung einer Polymerlösung**

(55) Polymerlösung; Cellulose; Aminoxid; Stabilisator; grenzflächenaktive Stoffe; Tenside; ethoxylierte Amine; Regeneratfäden; Regeneratfolien

(57) Die Erfindung betrifft: ein Verfahren zur Herstellung einer Polymerlösung aus Cellulose, Aminoxid, Wasser und Stabilisator, die in der Chemiefaser- und Folienindustrie zu gleichmäßigen Regeneratfäden und -folien hoher Feinheit verarbeitet werden kann. Die Polymerlösung besteht aus 5–20 Masseanteilen Cellulose in %, 95–80 Masseanteilen Aminoxid in % mit 10–18 Masseanteilen Wasser in %, 0,1–1,0 Masseanteilen Stabilisator in % bezogen auf Cellulose und enthält erfindungsgemäß 0,05–5,0 Masseanteile eines grenzflächenaktiven Stoffes in % bezogen auf Cellulose. Als grenzflächenaktive Stoffe (Tenside) werden ethoxylierte Amine eingesetzt.

ISSN 0433-6461

3 Seiten

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Herstellung einer Polymerlösung aus Cellulose, Aminoxid, Wasser und Stabilisator durch Extrusion einer homogenen Mischung, bestehend aus 5–20 Masseanteilen Cellulose in %, 95–80 Masseanteilen Aminoxid in % mit 10–18 Masseanteilen Wasser in % und 0,1–1,0 Masseanteilen Stabilisator in % bezogen auf Cellulose, gekennzeichnet dadurch, daß die homogene Mischung gleichzeitig 0,05–5,0 Masseanteile eines grenzflächenaktiven Stoffes in % bezogen auf Cellulose enthält.
2. Verfahren nach Anspruch 1, gekennzeichnet dadurch, daß als grenzflächenaktiver Stoff ein nichtionogenes ethoxyliertes Amin verwendet wird.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung einer Polymerlösung aus Cellulose, Aminoxid, Wasser und Stabilisator, die in der Chemiefaser- und Folienindustrie zu Cellulose regeneratfaserstoffen und -folien verarbeitet wird.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Es ist bekannt, Polymerlösungen bestehend aus Cellulose, Aminoxiden und Wasser herzustellen und zu Cellulose regeneratfäden und -folien zu verarbeiten. (DE-OS 2830683/84/85, DE-OS 2848471, DE-OS 2913589, DE-OS 3021043) Weiterhin ist bekannt, die Polymerlösungen aus Cellulose durch Zusatzstoffe, wie beispielsweise Gallussäurepropylester, substituierte Phenole, gegen Polymerabbau zu stabilisieren. (DE-OS 3034685, EP 0047929, DD-PS 229708) Die überdurchschnittlich ausgeprägten viskoelastischen Eigenschaften der Polymerlösung sowie ihre relativ hohen Grenzflächenspannungen begrenzen ihre Spinnbarkeit, d. h., die Fadenbildung ist hinsichtlich Gleichmäßigkeit und Feinheit begrenzt. (Vergl. Navard, P., u. Haudin, I., Polymer Process Eng. 3 [1985] S. 291–301)

Verbesserungen, besonders hinsichtlich der erreichbaren Feinheit werden durch Verspinnung der Polymerlösung bei sehr geringen Schergeschwindigkeiten und großen Verweilzeiten im Düsenkanal erreicht. Das hat eine Verminderung der Durchsatzleistung pro Spinnöse zur Folge.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht in einem einfachen Verfahren zur Herstellung und Verspinnung von Polymerlösungen aus Cellulose, Aminoxiden, Wasser und Stabilisator zu gleichmäßigen Cellulose regeneratfäden hoher Feinheit.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Die Aufgabe der Erfindung besteht darin, unter Beseitigung der genannten Mängel Cellulose regeneratfäden mit wesentlich höherer Gleichmäßigkeit und Feinheit zu erspinnen. Erfindungsgemäß wird das erreicht, indem man eine Polymerlösung bestehend aus 5–20 Masseanteilen Cellulose in %, 95–80 Masseanteilen Aminoxid in % mit 10–18 Masseanteilen Wasser in %, 0,1–1,0 Masseanteilen Stabilisator in % bezogen auf Cellulose und 0,05–5,0 Masseanteile eines grenzflächenaktiven Stoffes (Tenside), bezogen auf Cellulose, durch eine Spinnöse zur Fadenschar verformt, die Fäden orientiert und anschließend die Cellulose in Wasser bzw. wäßrigen Aminoxidlösungen regeneriert.

Durch Zusatz des grenzflächenaktiven Stoffes, vorzugsweise ein ethoxyliertes Amin, wird die Grenzflächenspannung der Polymerlösung stark herabgesetzt, ein Kohäsionsbruch der Elementarfäden bei Düsenkapillaraustritt verhindert und damit die Spinnbarkeit erhöht. Als Aminoxid kann N-Methylmorpholin-N-oxid verwendet werden.

Ausführungsbeispiele

Die Erfindung soll nachstehend an Beispielen erläutert werden:

Beispiel 1

Eine homogene Mischung aus 10,0 Masseanteilen Cellulose (DP 400) in %, 90,0 Masseanteilen N-Methylmorpholin-N-oxid in % mit 14,4 Masseanteilen Wasser in %, 0,4 Masseanteilen Stabilisator [2,6 Di-tert.-butyl-p-Kresol] in %, bezogen auf Cellulose und 0,1 Masseanteilen ethoxyliertes Amin (Prävozell N9) in %, bezogen auf Cellulose, wird einem Doppelschneckenextruder zugeführt, aufgeschmolzen, entgast, filtriert und durch eine Düse mit 60 Spinnkapillaren bei 368 K zu einem Elementarfadenbündel verformt. Nach Verzug in einem Luftspalt durchläuft das Elementarfadenbündel mit 60 m/min ein Spinnbad und wird anschließend in Stapel von 38 mm Länge geschnitten, gewaschen, aviviert und getrocknet.

Faserparameter	
Feinheit	0,15 tex
Reißspannung	290 mN/tex
Reißdehnung	14 %

Beispiel 2

Eine homogene Mischung mit 1,0 Masseanteilen ethoxyliertes Amin (Prävozell P78/1) in % wird analog Beispiel 1 mit einer Abzugsgeschwindigkeit von 80m/min verarbeitet.

Faserparameter	
Feinheit	0,12 tex
Reißspannung	350 mN/tex
Reißdehnung	13%

Beispiel 3

Eine Mischung aus 12,5 Masseanteilen Cellulose (DP-350) in %, 87,5 Masseanteilen N-Methylmorpholin-N-oxid in % mit 13,1 Masseanteilen Wasser in %, 0,2 Masseanteilen Stabilisator [Gallussäurepropylester] in %, bezogen auf Cellulose, mit 0,5 Masseanteilen ethoxyliertes Amin (Prävozell N9) in %, bezogen auf Cellulose, wird in ein Rührgefäß eingetragen, eine Stunde bei 363K unter Vakuum (13KPa) bis zur vollständigen Auflösung gerührt und anschließend über Spinnpumpe, Filter und Spinnöse (36 Kapillaren) zum Fadenbündel verformt. Es erfolgt eine Reckung der Elementarfäden im Luftspalt, Regenerierung der Cellulose, Entfernung des Lösungsmittels, Avivierung, Trocknung und Aufspulung des multifilen Fadens.

Fadenparameter	
Feinheit	12 tex (36)
Reißspannung	250 mN/tex
Reißdehnung	20%