



REPUBLIK
ÖSTERREICH
Patentamt

(10) Nummer: **AT 409 130 B**

(12)

PATENTSCHRIFT

(21) Anmeldenummer: 712/95
(22) Anmeldetag: 25.04.1995
(42) Beginn der Patentdauer: 15.10.2001
(45) Ausgabetag: 27.05.2002

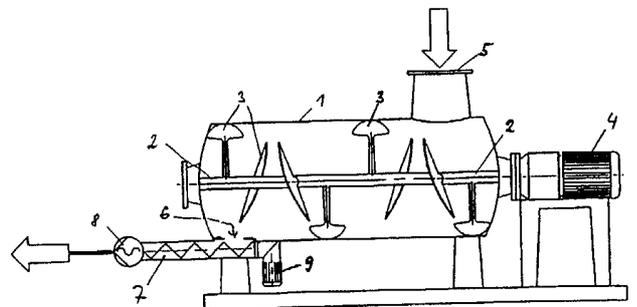
(51) Int. Cl.⁷: **C08B 1/00**
D01F 2/00, D01D 1/02, B01F 7/04

(56) Entgegenhaltungen:
GB 2076674A DE 3833529A1 DE 4010676A1

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

(54) VERWENDUNG EINER VORRICHTUNG ZUM HALTEN UND ABGEBEN EINER HOMOGENEN CELLULOSESUSPENSION

(57) Die Erfindung betrifft die Verwendung einer Vorrichtung zum Halten bzw. Abgeben von homogenen Suspensionen von zerkleinerter Cellulose in einem flüssigen, wäßrigen tertiären Aminoxid, welche Vorrichtung die folgenden Merkmale aufweist: ein zylindrisches, im wesentlichen horizontal gelagertes Mischgefäß mit einem Einlaß für die homogene Suspension, eine Rührwelle mit daran angebrachten Rührelementen, welche Rührwelle in dem zylindrischen Mischgefäß axial gelagert ist und durch Rotation die durch den Einlaß eingebrachte Suspension in homogenem Zustand hält, und eine Austrageinrichtung für die homogene Suspension, wobei die Austrageinrichtung als Förderschnecke ausgebildet ist, welche an der Unterseite des Mischgefäßes angebracht ist, und die Förderschnecke mit dem Innenraum des Mischgefäßes in Verbindung steht und diametral entgegengesetzt zum Einlaß vorgesehen ist.



AT 409 130 B

Die vorliegende Erfindung betrifft die Verwendung einer Vorrichtung zum Halten und Abgeben einer homogenen Cellulosesuspension, und zwar mit einem zylindrischen, im wesentlichen horizontal gelagerten Mischgefäß mit einem Einlaß für die homogene Suspension, einer Rührwelle mit daran angebrachten Rührelementen, welche Rührwelle im dem zylindrischen Mischgefäß axial gelagert ist, und einer Austragseinrichtung für die homogene Suspension, wobei die Austragseinrichtung als Förderschnecke ausgebildet ist, welche an der Unterseite des Mischgefäßes angebracht ist, mit dem Innenraum des Mischgefäßes in Verbindung steht und diametral entgegengesetzt zum Einlaß vorgesehen ist.

Seit einigen Jahrzehnten wird nach Verfahren zur Herstellung cellulosischer Formkörper gesucht, welche das heute in großem Maßstab angewendete Viskoseverfahren ersetzen sollen. Als eine nicht zuletzt wegen einer besseren Umweltverträglichkeit interessante Alternative hat sich dabei herauskristallisiert, Cellulose ohne Derivatisierung in einem organischen Lösungsmittel aufzulösen und aus dieser Lösung Formkörper, z.B. Fasern, Folien und Membranen, zu extrudieren. Solcherart extrudierte Fasern erhielten von der BISFA (The International Bureau for the Standardization of man made fibers) den Gattungsnamen Lyocell. Unter einem organischen Lösungsmittel wird von der BISFA ein Gemisch aus einer organischen Chemikalie und Wasser verstanden.

Es hat sich herausgestellt, daß sich als organisches Lösungsmittel insbesondere ein Gemisch aus einem tertiären Aminoxid und Wasser sehr gut zur Herstellung von cellulosischen Formkörpern eignet. Als Aminoxid wird dabei in erster Linie N-Methylmorpholin-N-oxid (NMMO) verwendet. Andere Aminoxide sind z.B. in der EP - 0 553 070 A1 beschrieben. Ein Verfahren zur Herstellung formbarer Celluloselösungen ist z.B. aus der EP - 0 356 419 A bekannt. Die Herstellung cellulosischer Formkörper unter Anwendung tertiärer Aminoxide wird allgemein als Aminoxidverfahren bezeichnet.

In der US - 4,246,221 A ist ein Aminoxidverfahren zur Herstellung spinnbarer Celluloselösungen beschrieben, welches als Ausgangsmaterial u.a. eine Mischung von Cellulose in flüssigem, wäßrigem N-Methylmorpholin-N-oxid (NMMO) verwendet. Dieses Verfahren ist vielstufig. Zunächst wird in einer diskontinuierlich arbeitenden Mischvorrichtung eine Suspension von Cellulose in der wäßrigen Aminoxidlösung hergestellt und das Gemisch gleichzeitig unter vermindertem Druck erhitzt, wobei Wasser abgezogen wird und eine erste Lösung hergestellt wird. Danach wird diese erste Lösung in einem Tank, der als Puffergefäß dient, gehalten, dann einer Filtriervorrichtung zugeführt und anschließend in einem Extruder in eine formbare Lösung übergeführt. Die formbare Lösung wird schließlich in einem Formwerkzeug, z.B. einer Spinndüse, zu Filamenten versponnen, die schließlich durch ein Fällungsbad geführt werden.

Aus der WO - 94/28217 A1 ist ein Verfahren zur Herstellung einer Vormischung auf Basis von Cellulose bekannt, aus welcher eine formbare Celluloselösung hergestellt werden kann. Gemäß diesem Verfahren wird zerkleinerte Cellulose und eine Aminoxidlösung in eine horizontal gelagerte, zylindrische Mischkammer eingebracht, welche einen Rotor mit axial beabstandeten Rührelementen aufweist. Die Mischung wird in der Mischkammer gerührt, indem der Rotor mit einer Geschwindigkeit von 40 bis 80 Umdrehungen pro Minute gedreht wird. Vorzugsweise wird die Mischung in der Mischkammer auf einer Temperatur oberhalb 65°C gehalten. In der WO - 94/28217 A1 ist auch ein trichterförmiger Tank beschrieben, der vertikal angeordnet ist und in welchem Rührarme vorgesehen sind. In diesem Tank soll die Vormischung in homogenem Zustand gehalten werden. Mit Kolbenpumpen wird die homogene Vormischung abgepumpt.

Wie oben erwähnt, läuft das Aminoxidverfahren über eine Reihe von Stufen, die von der Zerkleinerung der Cellulose, der Herstellung der Cellulosesuspension, gegebenenfalls einer anschließenden weiteren Homogenisierung der Cellulosesuspension, der Überführung der homogenen Cellulosesuspension in die formbare Celluloselösung bis zum Formprozeß selbst, also die Herstellung von Fasern, Folien oder anderen Formkörpern, reichen. Damit die einzelnen Prozeßstufen ihre jeweiligen Produkte mit gleichbleibender Qualität liefern, ist erwünscht, daß alle Verfahrensstufen kontinuierlich und möglichst ohne Unterbrechung arbeiten. Tritt trotzdem an einer Stufe eine Unterbrechung auf, weil beispielsweise das Formwerkzeug gewechselt wird oder jene Vorrichtung kurzzeitig aus dem Betrieb genommen wird, in der die Cellulosesuspension hergestellt wird, so ist es das Bestreben des Fachmannes, diese kurzzeitige Unterbrechung möglichst nicht auf die anderen Verfahrensstufen durchschlagen zu lassen. Diese Aufgabe konnte jedoch bis heute nicht zufriedenstellend gelöst werden.

Die vorliegende Erfindung stellt sich daher die Aufgabe, das Aminoxidverfahren so zu gestalten, daß kurzzeitige Unterbrechungen vom Gesamtverfahren verkraftet werden und eine kurzzeitige Unterbrechung einer Stufe des Verfahrens nicht zu einer Unterbrechung der übrigen Stufen führt.

5 Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß so gelöst, daß eine Vorrichtung verwendet wird, welche die folgenden Merkmale aufweist:

- (1) ein zylindrisches, im wesentlichen horizontal gelagertes Mischgefäß mit einem Einlaß für die homogene Suspension,
- 10 (2) eine Rührwelle mit daran angebrachten Rührelementen, welche Rührwelle in dem zylindrischen Mischgefäß axial gelagert ist und durch Rotation die durch den Einlaß eingebrachte Suspension in homogenem Zustand hält,
- (3) eine Austragseinrichtung für die homogene Suspension,

wobei die Austragseinrichtung als Förderschnecke ausgebildet ist, welche an der Unterseite des Mischgefäßes angebracht ist, mit dem Innenraum des Mischgefäßes in Verbindung steht und diametral entgegengesetzt zum Einlaß vorgesehen ist.

15 Die Erfindung beruht auf der Erkenntnis, daß die Aufgabe, die der vorliegenden Erfindung zugrunde liegt, am besten mit einem Behälter gelöst werden kann, der als Puffer für homogene Cellulosesuspension dienen kann und stets einerseits eine gewisse Menge an homogener Suspension enthält, die bei kurzzeitiger Unterbrechung der Suspensionsherstellung als Vorrat dient und mit der während der Zeit der Unterbrechung Celluloselösung hergestellt und das Formwerkzeug gespeist werden kann, sodaß z.B. die Herstellung der Fasern nicht unterbrochen werden braucht. Andererseits soll der erfindungsgemäße Behälter einen gewissen Leerraum aufweisen, um zusätzliche homogene Suspension aufnehmen zu können, sodaß die Suspensionsherstellung bei einem kurzzeitigen Stillstand des Spinnbetriebes, z.B. bei einem Wechsel der Spinndüse, nicht unterbrochen werden braucht.

25 Ein besonderes Problem beim Halten von homogenen Suspensionen von Cellulose in wäßriger Aminoxidlösung besteht darin, zu verhindern, daß sich die homogene Suspension entmischt, d.h. die Cellulose aus der flüssigen Phase absetzt. Diese Gefahr besteht auch während des Abgebens der homogenen Suspension an die nachfolgende Prozeßstufe. Beide Probleme sind mit der erfindungsgemäßen Vorrichtung gelöst. Es hat sich gezeigt, daß ein Absetzen der Cellulose beim Austragen wirkungsvoll verhindert werden kann, wenn zum Austragen eine Förderschnecke vorgesehen wird, die mit dem Innenraum des Mischgefäßes in Verbindung steht. Die Einzugszone der Förderschnecke soll sich somit direkt in den Innenraum des Mischgefäßes öffnen.

30 In der GB- 20 76 674 A ist eine Vorrichtung beschrieben, welche einen beheizbaren zylindrischen Druckkocher mit Fördererelementen und einen an dessen unteren Ende anschließende Extrudereinrichtung mit einer speziell ausgeführten Förderschnecke umfasst. Diese Vorrichtung dient dem Druckkochen und Extrudieren von breiigen, mehlhaltigen Getreidemaischen, wobei Maischen unterschiedlicher Viskosität in einer gewünschten gleichbleibenden Geschwindigkeit in und durch die Extrudervorrichtung gefördert werden sollen.

40 Die DE- 38 33 529 A1 zeigt eine Mischvorrichtung der eingangs genannten Art zum Mischen fester Stoffe und zum Beschicken der die gemischten Stoffe verarbeitenden Maschinen, insbesondere Kunststoffverarbeitungsmaschinen.

In der DE- 40 10 676 A1 ist eine Vorrichtung der eingangs genannten Art beschrieben, die zum kontinuierlichen Fördern von steifen, feststoffhaltigen Massen, wie beispielsweise Beton oder Klärschlamm, dient.

45 In keinem dieser Dokumente werden die oben genannten Probleme, die beim Abgeben und Halten von homogenen Suspensionen von Cellulose auftreten, erwähnt. Die in der GB- 20 76 674 A, der DE- 38 33 529 A1 und der DE- 40 10 676 A1 beschriebenen Vorrichtungen dienen dem Mischen, Fördern und Verarbeiten von Materialien, die andere Eigenschaften als Suspensionen von Cellulose aufweisen.

50 Bei der Verwendung der erfindungsgemäßen Vorrichtung kommt es auch nicht zu einem Ankleben von mit Aminoxidlösung imprägnierten Cellulosepartikeln an der Behälterwand oder zu einer Klumpenbildung. Entscheidend ist, daß die Suspension ständig in Bewegung gehalten wird.

55 Es hat sich ferner gezeigt, daß es bei der erfindungsgemäßen Verwendung der Vorrichtung auch nicht zu einem Entmischen von Hilfsstoffen, wie Stabilisatoren, Dispergiermittel, Spinnhilfen,

reaktivitätsverbessernde Reagenzien, Inkorporationsmedien anorganischer oder organischer Natur (Baryt, Aktivkohle, SiO₂, CMC, Modifikatoren (Polyethylenglykole) und andere Polymere, wie z.B. Nylon; Farbstoffe, die in der Suspensiion enthalten sind, kommt. Dies ist für eine volle Entfaltung der Wirkung dieser Hilfsstoffe von entscheidender Bedeutung. Eine bevorzugte Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung ist dadurch gekennzeichnet, daß Rührelemente vorgesehen sind, die so angeordnet sind, daß sie die Austragsöffnung überstreichen.

Eine weitere zweckmäßige Ausführungsform der erfindungsgemäßen Verwendung der Vorrichtung besteht darin, daß die Förderschnecke diametral entgegengesetzt zum Einlaß vorgesehen ist.

Es hat sich als vorteilhaft erwiesen, wenn die erfindungsgemäße Vorrichtung so gestaltet ist, daß das Verhältnis der Aufnahmekapazität der Austragseinrichtung zur Aufnahmekapazität des zylindrischen Mischgefäßes mindestens 1:100 ist.

An Hand der beigefügten Zeichnung wird eine Ausführungsform der zur erfindungsgemäßen Verwendung vorgesehenen Vorrichtung näher beschrieben.

Die Figur zeigt schematisch einen Längsschnitt eines horizontal aufgestellten Mixers, der im wesentlichen aus einem zylindrischen Behälter 1 mit einem Doppelmantel für eine indirekte Beheizung (nicht dargestellt) und einem im Behälter 1 zentrisch gelagerten Rotor 2 mit daran angesetzten Rührschaufeln 3 besteht. Der Rotor 2 wird mittels eines Motors 4 angetrieben.

Die homogene Cellulosesuspension wird über die Einlaßöffnung 5 in den zylindrischen Behälter 1 eingebracht, von den Transportblättern 3 erfaßt und im Inneren des Behälters 1 durch die Rührschaufeln 3 ständig gemischt und in Bewegung gehalten.

Die homogene Suspension wird mittels der vom Motor 9 betriebenen Förderschnecke 7 dem Behälter 1 entnommen und über eine Pumpe 8 z.B. einer Vorrichtung (nicht dargestellt) zugeführt, in welcher die Suspension kontinuierlich in eine formbare Lösung übergeführt wird. Zweckmäßigerweise wird dafür ein Dünnschichtbehandlungsapparat eingesetzt. Ein derartiges Verfahren ist aus der EP - 0 356 419 A bekannt.

Die Einzugszone der Förderschnecke 7 steht in direkter Verbindung mit dem Innenraum des Behälters 1. Die Förderschnecke 7 ist zweckmäßig an der Unterseite des Behälters 1 angeflanscht, wobei die Auslaßöffnung 6, also die Verbindung zwischen der Einzugszone der Förderschnecke 7 und dem Innenraum des Behälters 1 quadratisch oder rechteckig ausgebildet sein kann.

Im Normalbetrieb ist der Behälter 1 etwa zur Hälfte mit homogener Suspension gefüllt.

Eine Vorrichtung, die als Mischer ausgeführt ist und im wesentlichen aus dem Behälter 1, dem Rotor 2 mit angesetzten Rührelementen 3, dem Motor 4 und der Einlaßöffnung 5 besteht, wird von der Firma Draiswerke GmbH, Mannheim, Deutschland, unter der Bezeichnung Turbulentmischer Typ KT 1000 FM I in den Handel gebracht. Bei diesem Turbulentmischer ist jedoch die Auslaßöffnung als eine Art Klappe um unteren Ende des Behälterbauches mittig angebracht. Diese Art der Entnahme des Mischgutes ist für homogene Cellulosesuspensionen nicht geeignet, da sich das Mischgut bei der Entnahme entmischen würde. Demgegenüber wird das Entmischen mit der erfindungsgemäß vorgesehenen Förderschnecke wirkungsvoll verhindert.

PATENTANSPRÜCHE:

1. Verwendung einer Vorrichtung mit
 - (1) einem zylindrischen, im wesentlichen horizontal gelagerten Mischgefäß (1) mit einem Einlaß (5) für eine homogene Suspension,
 - (2) einer Rührwelle (2) mit daran angebrachten Rührelementen (3), welche Rührwelle in dem zylindrischen Mischgefäß axial gelagert ist und durch Rotation die durch den Einlaß eingebrachte Suspension in homogenem Zustand hält, und
 - (3) einer Austragseinrichtung für die homogene Suspension, wobei die Austragseinrichtung als Förderschnecke (7) ausgebildet ist, welche an der Unterseite des Mischgefäßes angebracht ist, mit dem Innenraum des Mischgefäßes in Verbindung steht und diametral entgegengesetzt zum Einlaß vorgesehen ist zum Halten bzw. Abgeben von homogenen Suspensionen von zerkleinerter Cellulose in einem flüssigen, wäßrigen tertiären Aminoxid.
2. Verwendung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß in der Vorrichtung Rühre-

mente vorgesehen sind, die so angeordnet sind, daß sie die Austragsöffnung (6) überstreichen.

3. Verwendung nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß in der Vorrichtung das Verhältnis der Aufnahmekapazität der Austrageinrichtung zur Aufnahmekapazität des zylindrischen Mischgefäßes mindestens 1:100 ist.

5

HIEZU 1 BLATT ZEICHNUNGEN

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

